

TESE DEFENDIDA POR PETRONIO ZUMPANO  
JUNIOR E APROVADA PELA  
COMISSÃO JULGADORA EM 28/01/03.

Itamar  
ORIENTADOR

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA  
COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

# **Tenacidade à Fratura na ZAC de Aços 2,25Cr-1Mo**

Autor : **Petrônio Zumpano Júnior**  
Orientador: **Prof. Dr. Itamar Ferreira**

03/03



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**  
**FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**  
**DEMA – DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

# **Tenacidade à Fratura na ZAC de Aços**

## **2,25Cr-1Mo**

**Autor : Petrônio Zumpano Júnior**

**Orientador: Prof. Dr. Itamar Ferreira**

Curso: Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Mecânica da Fratura

Dissertação de mestrado apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2003  
S.P. - Brasil

UNICAMP  
BIBLIOTECA CENTRAL

UNIDADE	80
Nº CHAMADA	UNICAMP
	Z85t
V	EX
TOMBO BC	54435
PROC.	124/03
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	09/06/03
Nº CPD	

CM00185606-3

BIB ID 294479

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

Z85t

Zumpano Júnior, Petrônio

Tenacidade à fratura na ZAC de aços 2,25Cr-1Mo /  
Petrônio Zumpano Júnior.--Campinas, SP: [s.n.], 2003.

Orientador: Itamar Ferreira..

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de  
Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Aço cromo - molibdênio. 2. Mecânica da fratura.  
I. Ferreira, Itamar. II. Universidade Estadual de  
Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III.  
Título.

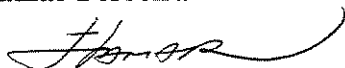
**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**  
**FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**  
**DEMA – DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**Tenacidade à Fratura na ZAC de Aços**  
**2,25Cr-1Mo**

**Autor : Petrônio Zumpano Júnior**

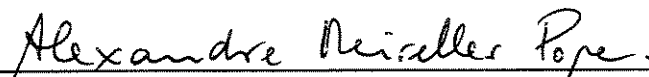
**Orientador: Itamar Ferreira**



**Prof. Dr. Itamar Ferreira, Presidente**  
**UNICAMP/FEM/DEMA**



**Prof. Dr. Levi de Oliveira Bueno**  
**UFSCar/DEMA**



**Dr. Alexandre Meirelles Pope**  
**PETROBRAS/CENPES/PDEP/TMEC**

200321269

Campinas, 28 de Janeiro de 2003

## **Agradecimentos**

Este trabalho não poderia ser terminado sem a ajuda de algumas empresas e pessoas às quais presto minha homenagem:

À CONFAB Equipamentos, que auxiliou no projeto com a cortesia da confecção da junta soldada, dos ensaios não destrutivos e do fornecimento dos consumíveis de soldagem utilizados neste trabalho.

À HOTWORK LEYLAND AQUECIMENTOS INDUSTRIAIS LTDA, que realizou como cortesia o tratamento térmico de alívio de tensões da junta soldada utilizada neste trabalho.

À FAPESP, pelo auxílio à pesquisa número 01/07961-9, utilizado no financiamento dos demais trabalhos experimentais e sem o qual não seria possível a realização desta dissertação de mestrado.

Aos funcionários da STM-Sistema de Teste de Materiais, em São Carlos-SP, pela dedicação na execução dos tratamentos térmicos de “Step Cooling” com e sem aplicação de tensão.

À PETROBRAS/ENGENHARIA/SL/SEQUI-SP, em especial ao Engenheiro Luiz Cesar de Almeida, por viabilizar a realização desta dissertação de mestrado, ao técnico Valmir da Silva Manoel pelo apoio técnico e aos demais colegas da gerência, que ajudaram de forma direta e indireta na conclusão deste trabalho.

Aos técnicos da PETROBRAS/CENPES/PDEP/TMEC, em especial ao engenheiro José Cláudio Guimarães Teixeira (M.Sc.) pela indicação do tema e pelo apoio técnico prestado e ao técnico em metalografia João Luiz do Nascimento, pela cortesia na obtenção da chapa utilizada neste trabalho e pelo apoio técnico prestado.

Ao meu orientador e amigo, Professor Itamar Ferreira, pela paciência e boa vontade demonstrada durante todo o decorrer dos trabalhos, por mostrar os caminhos a serem seguidos, por sempre demonstrar fundamento e segurança em todas as orientações e pelo incentivo constante durante toda a jornada.

Aos técnicos do laboratório de caracterização de materiais e do laboratório de usinagem da UNICAMP, em especial ao técnico José Luiz Lisboa, pelo apoio técnico prestado.

## Resumo

Zumpano Júnior, Petrônio, *Tenacidade à Fratura na ZAC de Aços 2,25Cr-1Mo*, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2001. 129p. Dissertação (Mestrado)

O aço liga 2,25Cr-1Mo, muito utilizado em aplicações em altas temperaturas, quando exposto à faixa de 343°C a 593°C por longo tempo, pode apresentar susceptibilidade à fragilização pelo revenido. Apesar de bom comportamento em elevadas temperaturas, há grandes riscos de acidente depois da fragilização, em situações de partida e parada de unidades petroquímicas, quando este aço pode apresentar perda significativa da tenacidade devido à fragilização pelo revenido. Este trabalho estudou a tenacidade à fratura (CTOD<sub>m</sub>), na temperatura ambiente, em juntas soldadas deste aço, fragilizadas através de "Step Cooling" com e sem tensão, que consiste em expor o aço a um conjunto de patamares de temperaturas por tempos determinados, intercalados com taxas de resfriamento fixas na redução da temperatura, na faixa de temperatura em que há susceptibilidade à fragilização pelo revenido, nas regiões de grãos grosseiros (GGZAC) e de grãos finos da ZAC (GFZAC). Resultados de medições de dureza e observação microestrutural do crescimento de carbeto comprovaram que o uso da tensão associada ao "Step Cooling" acelerou a fragilização, melhorando a eficácia deste processo. Resultados indicaram que o controle do teor de impurezas do aço utilizado evitou o desenvolvimento da fragilização pelo revenido, o que foi confirmado pelos ensaios de tenacidade à fratura realizados em temperatura ambiente. Não foi detectada variação significativa dos valores de CTOD<sub>m</sub> entre as três situações analisadas (sem "Step Cooling", com "Step Cooling" sem tensão e com "Step Cooling" com tensão de 138,6 MPa) e entre as diferentes regiões microestruturais analisadas (GFZAC e GGZAC). Observações no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) indicaram que o mecanismo de fratura presente após a simulação de fragilização foi o coalescimento de microcavidades.

### Palavras Chave

- Aço 2,25Cr-1Mo, fragilização pelo revenido, tenacidade à fratura

## Abstract

Zumpano Júnior, Petrônio, *Fracture Toughness of HAZ in 2¼Cr-1Mo Steel*, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2001. 129p. Dissertation (Master of Science)

Low alloy 2¼Cr-1Mo steel, often used at high temperature applications, when exposed to temperatures at the range from 650°F to 1100°F (343°C to 593°C) for a long time may be susceptible to temper embrittlement. Despite having good behavior at high temperatures, there is a great hazard of accident after temper embrittlement, during start up or shut down of petrochemical plants, when this steel may have a great decrease in its toughness. This work studied fracture toughness ( $CTOD_m$ ) at room temperature, in welded joints of this steel, embrittled by “Step Cooling” with and without tensile stress, that consists in submitting the steel to a group of steps of temperatures for certain periods of time, alternated with fixed cooling rates to reduce the temperature of the steps, in the range of temperature where temper embrittlement occurs, at coarse grain (CGHAZ) and fine grain regions of heat affected zone (FGHAZ). Hardness results and microstructural analysis of carbide coarsening proved that the use of stress associated with the “Step Cooling” accelerated the embrittlement, making the efficacy of this process better. Experimental results showed that the control of impurities content in the steel avoids the development of temper embrittlement. This was confirmed by fracture toughness experiments at room temperature. No significant variation on  $CTOD_m$  results of the three different situations (without “Step Cooling”, with “Step Cooling” without stress and with “Step Cooling” with stress of 138,6MPa) and of the different microstructural tested regions (CGHAZ and FGHAZ) were observed. Scanning Electron Microscope (SEM) analysis indicated that fracture mechanism after embrittlement simulation was microvoids coalescence.

## KEYWORDS

- 2¼Cr-1Mo steel, temper embrittlement, fracture toughness

## SUMÁRIO

Lista de Figuras	v
Lista de Tabelas	x
Lista de Equações	xii
Nomenclatura	xiii
1 Introdução	01
1.1 Objetivos	05
2 Revisão da Literatura	07
2.1 Os Reatores de HDT	07
2.2 Aços 2,25Cr-1Mo	12

2.3 O Fenômeno da Fragilização pelo Revenido	13
2.4 Microestrutura do Aço 2,25Cr-1Mo	22
2.5 Formação de Carbetos no Aço 2,25Cr-1Mo	25
2.6 Tratamento Térmico de “Step Cooling” para Simulação da Fragilização pelo Revenido dos Aços 2,25Cr-1Mo	28
2.7 Uso da Tensão Associada ao Processo de “Step Cooling”	31
2.8 Metalurgia e Tenacidade da Junta Soldada do Aço 2,25Cr-1Mo	32
2.9 Ensaio de Impacto – Resultados de Trabalhos Anteriores	37
2.10 Princípios Gerais de Mecânica da Fratura, Ensaios de Tenacidade à Fratura e Resultados Anteriores	39
2.11 Influência da Espessura do Corpo de Prova nos Ensaios de Tenacidade à Fratura	46
2.12 Projeto de Junta Soldada para Ensaios de CTOD e Localização do Entalhe na ZAC	51
2.13 Análise da Granulometria da Região da ZAC Atingida pela Ponta da Pré-trinca de fadiga após Ensaio de CTOD	54
3 Materiais e Métodos	58
3.1 Obtenção dos Materiais	58

3.2 Metodologia de Produção da Junta Soldada	59
3.3 Metodologia de Produção dos Corpos de Prova de CTOD	68
3.4 Metodologia de Abertura da Pré-trinca de Fadiga nos Corpos de Prova de CTOD	78
3.5 Análise Química	81
3.6 Macrografia	81
3.7 Análise Metalográfica - Microscopia Ótica (MO)	82
3.8 Ensaios de Dureza	84
3.9 Ensaios de Tração	85
3.10 Metodologia de Realização dos Ensaios de CTOD, Medição de $a_0$ e Cálculo do Valor de CTOD	86
3.11 Análise Fractográfica	91
4 Resultados e Discussão	92
4.1 Análise Química	92
4.2 Análise Química – Discussão	93
4.3 Resultados e Discussão da Análise Metalográfica - Microscopia Ótica (MO)	94
4.4 Ensaios de Dureza	101

4.5 Ensaio de Dureza – Discussão	105
4.6 Ensaio de Tração – Resultados	107
4.7 Ensaio de Tenacidade à Fratura	107
4.8 Tenacidade à Fratura – Discussão	110
4.9 Resultados e Discussão da Análise Fractográfica	112
4.10 Discussão Geral dos Resultados	115
5 Conclusões e Sugestões para Próximos Trabalhos	120
Referências Bibliográficas	123

## Lista de Figuras

2.1	Esquema da parede do reator de HDT (dimensões em mm) [32]	11
2.2	Efeito da exposição a 450°C e 500°C na fragilização pelo revenido em aços liga Cr-Ni comerciais e de alta pureza [26]	17
2.3	Curva de transformação por resfriamento contínuo (CCT) prevista para as várias espessuras do aço 2,25Cr-1Mo, resfriado em diferentes meios (óleo, água e ar) [17]	23
2.4	Curva do tratamento de “Step Cooling” [7, 25, 32, 39]	29
2.5	Comparação da suscetibilidade à fragilização pelo revenido para aços Cr-Mo usados em vasos de pressão [32, 36, 39]	30
2.6	Deformação tri-dimensional na ponta da trinca. A tensão normal na ponta da trinca causa a estrição do material próximo à superfície, mas a restrição exercida no material no interior resulta no estado triaxial de tensões [16]	40
2.7	Deslocamento da ponta da trinca (CTOD– “Crack tip opening displacement”). Uma trinca inicialmente aguda se arredonda com a deformação plástica, resultando em um deslocamento finito ( $\delta$ ) na ponta da trinca [16]	41

2.8	O modelo tipo dobradiça para estimativa do valor de CTOD dos corpos de prova de flexão por três pontos, por semelhança de triângulos [16]	43
2.9	Determinação do componente plástico do deslocamento da abertura da boca da trinca [16]	44
2.10	(a) Deslocamento na ponta original da trinca. (b) Deslocamento na intersecção de um vértice de 90° com os flancos da trinca [16]	44
2.11	Vários tipos de curva-deslocamento para testes de CTOD (a) CTOD <sub>c</sub> sem "pop in"; (b) CTOD <sub>c</sub> com "pop in"; (c) CTOD <sub>u</sub> sem "pop in"; (d) CTOD <sub>u</sub> com "pop in"; (e) CTOD <sub>m</sub> [10]	45
2.12	Influência da espessura do corpo de prova sobre o estado de tensões [48]	47
2.13	Efeito da concentração de tensões devido à trinca através de uma placa de largura finita e de uma placa de largura infinita [16]	48
2.14	Distribuição de tensões à frente de uma trinca: (a) tensão plana; (b) deformação plana [48]	49
2.15	Efeito da espessura do corpo de prova na tenacidade à fratura no modo I [16]	50
2.16	Posição do entalhe no Corpo de Prova de CTOD [16]	52
2.17	Projetos especiais de juntas soldadas para ensaios de tenacidade à fratura da ZAC [16]	53
2.18	Código de orientação do plano da trinca para corpos de prova de tenacidade à fratura em juntas soldadas [21]	54
2.19	Metodologia da API RP 2Z [2] para identificação da região atingida pela ponta da pré-trinca de fadiga	55
3.1	Perfil com as dimensões da junta preparada para soldagem (dimensões em mm)	59

3.2	Junta soldada, em fase de fabricação, após a realização dos passes de selagem pelo processo de soldagem a arco com eletrodo revestido	61
3.3	Croqui mostrando a sequência de passes na junta soldada na Confab	63
3.4	Regiões com indicação de escória, conforme detectado por END. Vista superior da peça (dimensões em mm)	64
3.5	Foto mostrando seção transversal com o perfil da junta soldada, através de macrografia realizada na peça 1	65
3.6	Locais de posicionamento dos termopares na peça 1	66
3.7	Locais de posicionamento dos termopares na peça 2	66
3.8	Curva do TTAT realizado	68
3.9	Confecção da junta em “K” e posição dos corpos de prova de CTOD na chapa (NQ)	69
3.10	Esquema de corte das extremidades da junta soldada (dimensões em mm)	70
3.11	Vista superior da peça 1, com o detalhe das marcações com punção referente às regiões com indicação de escória, evitadas na retirada dos corpos de prova de CTOD da junta soldada	71
3.12	Indicação do posicionamento para retirada de seis barras de 7mm x 13mm de seção transversal de cada uma das nove seções retangulares transversais à solda (dimensões em mm)	72
3.13	Foto das dezoito barras iniciais antes do tratamento de “Step Cooling” com aplicação de tensão, na STM, em São Carlos	73
3.14	Vista das máquinas e instrumentos utilizados para o tratamento de “Step Cooling” com tensão e do “Data Logger” no laboratório da STM, em São Carlos-S.P.	74
3.15	Sistema de aplicação e aferição de carregamento das máquinas utilizadas no laboratório da STM, em São Carlos-S.P.	75

3.16	Curva real temperatura (°C) x tempo (h) do tratamento de “Step Cooling” com tensão realizado na peça 1G	76
3.17	Esquema: entalhe mecânico, pico de eletroerosão, e pré-trinca de fadiga	76
3.18	Dimensões finais dos corpos de prova de CTOD, conforme norma ASTM E-1290-99 (dimensões em mm)	77
3.19	Curva do ensaio de CTOD, neste caso referente à amostra 4A, com $v_p$ indicado por meio do cruzamento da linha paralela à inclinação inicial do ensaio e que corta a carga máxima com o eixo das abscissas	87
3.20	Curvas obtidas por meio do deslocamento do “clip gage” e por meio de correlação obtida do deslocamento do pistão, referente ao ensaio realizado com a amostra 2F.	89
3.21	Perfil projetado do plano da trinca. Corpo de prova 9F	89
4.1	Corpo de prova 7C. Detalhe da região atravessada pela pré-trinca de fadiga e as diferentes regiões da junta soldada. Nital 3%	94
4.2	Detalhe da pré-trinca de fadiga na amostra 7C. Nital 3%	95
4.3	Microestrutura do corpo de prova 1D, da ponta da pré-trinca de fadiga em direção ao metal de solda. Amostra retirada conforme figura 2.19 e API RP 2Z [2]. Nital 2%	96
4.4	Microestrutura do corpo de prova 4A, da ponta da pré-trinca de fadiga em direção ao metal de solda. Amostra retirada conforme figura 2.19 e API RP 2Z [2]. Nital 2%	96
4.5	Microestruturas da GFZAC das três condições de tratamento. Nital 2%	98
4.6	Microestruturas da GGZAC das três condições de tratamento. Nital 2%	99
4.7	Microestruturas do metal de solda das três condições de tratamento. Nital 2%	100

4.8	Microestrutura da amostra 7F. Nital 2%	101
4.9	Comparação dos valores de dureza (média $\pm$ desvio padrão) apresentados por cada uma das três regiões da solda em cada uma das três situações de tratamento (SC = “Step Cooling”)	106
4.10	Comparação dos valores de CTOD <sub>m</sub> (média $\pm$ desvio padrão) obtidos no metal de base e na ZAC em cada uma das três condições de tratamento	111
4.11	Comparação dos valores de CTOD <sub>m</sub> (média $\pm$ desvio padrão) obtidos nas regiões de grãos grosseiros com os valores obtidos nas regiões de grãos finos da ZAC em cada uma das três condições de tratamento	112
4.12	Fractografias da superfície de fratura de corpos de prova de CTOD <sub>m</sub> , região de crescimento estável das trinca	113
4.13	Fractografias da superfície de fratura de corpos de prova de CTOD <sub>m</sub> , região de crescimento estável das trinca	114
4.14	Fractografia da superfície de fratura de corpos de prova de CTOD <sub>m</sub> nas várias regiões. Amostra 4A	115

## Lista de Tabelas

2.1	Limites (mínimo e máximo) de composição química, em % em massa, do aço A 387 gr 22, classe 2	13
3.1	Variáveis utilizadas na especificação de procedimento de soldagem (EPS) qualificada na Confab, utilizada para a confecção da junta	60
3.2	Parâmetros utilizados na soldagem da junta na Confab	62
3.3	Cargas utilizadas e número de ciclos necessários para a abertura de pré-trinca de fadiga nos corpos de prova de CTOD em metal de base e nos corpos de prova de CTOD na ZAC sem “Step Cooling”	79
3.4	Cargas utilizadas e número de ciclos necessários para a abertura de pré-trinca de fadiga nos corpos de prova de CTOD na ZAC com “ Step Cooling” com e sem tensão.	80
4.1	Resultados da análise química no metal de base (teores expressos em % em peso)	92
4.2	Fatores $X$ e $J$ conforme análise química	93
4.3	Tipo de microestrutura de CPs sem “Step Cooling”	97

4.4	Tipo de microestrutura de CPs com “Step Cooling” sem tensão	97
4.5	Tipo de microestrutura de CPs com “Step Cooling” com tensão	98
4.6	Dureza Brinell em amostras do metal de base	101
4.7	Dureza Brinell no metal de base da junta soldada, sem “Step Cooling”	102
4.8	Dureza Brinell no metal de solda da junta soldada, sem “Step Cooling”	102
4.9	Dureza Vickers na ZAC da junta soldada, sem “Step Cooling”	103
4.10	Dureza Brinell no metal de base da junta soldada, com “Step Cooling” com tensão	103
4.11	Dureza Brinell no metal de solda da junta soldada, com “Step Cooling” com tensão	103
4.12	Dureza Vickers na ZAC da junta soldada, com “Step Cooling” com tensão	104
4.13	Dureza Brinell no metal de base da junta soldada, com “Step Cooling” sem tensão	104
4.14	Dureza Brinell no metal de solda da junta soldada, com “Step Cooling” sem tensão	104
4.15	Resultados dos ensaios de tração	107
4.16	Valores de $V_p$ , de $CTOD_m$ e de $K_Q$ referentes aos ensaios no metal de base	108
4.17	$V_p$ , $CTOD_m$ , $K_Q$ , microestrutura na ponta da trinca, desvio padrão -CPs sem SC	108
4.18	$V_p$ , $CTOD_m$ , $K_Q$ , desvio padrão e microestrutura da região atingida pela ponta da pré-trinca de fadiga (região da ZAC ou metal de solda) – CPs com “Step Cooling” com tensão	109
4.19	Valores de $V_p$ , de $CTOD_m$ , $K_Q$ , microestutura da região amostrada pela ponta da pré-trinca de fadiga e desvio padrão, para CPs com “Step Cooling” sem tensão	110

## Lista de Equações

2.1	Fator de Bruscato ou fator $X$	17
2.2	Fator $J$	18
2.3	Fator $PE$	18
2.4	Limites para a temperatura de transição	38
2.5	Obtenção do $K$ elástico a partir do CTOD elástico	42
2.6	Relação do CTOD plástico com o deslocamento plástico na boca da trinca, $V_p$	43
3.1	Cálculo de $CTOD_m$	90

## Nomenclatura

### *Letras Latinas*

<b>a</b> –	comprimento da trinca	[mm]
<b>A<sub>c1</sub></b> –	temperatura final (inferior) de transformação da austenita	[°C]
<b>A<sub>c3</sub></b> –	temperatura inicial (superior) de transformação da austenita	[°C]
<b>B</b> –	espessura do corpo de prova de CTOD	[mm]
<b>J</b> –	integral J; Amplitude dos campos de singularidade na ponta da trinca	[kJ/m <sup>2</sup> ]
<b>J<sub>Ic</sub></b> –	valor do J no início da propagação estável da trinca sob condições de deformação plana	[kJ/m <sup>2</sup> ]
<b>K</b> –	fator de intensidade de tensão	[MPa√m]
<b>K<sub>I</sub></b> –	fator de intensidade de tensão em modo I de solitação da trinca	[MPa√m]
<b>K<sub>c</sub></b> –	fator de intensidade de tensão crítico /tenacidade à fratura em tensão plana	[MPa√m]
<b>K<sub>Ic</sub></b> –	tenacidade à fratura em deformação plana	[MPa√m]

$K_Q$ –	valor de $K$ , encontrado no ensaio de CTOD, candidato a $K_{Ic}$	[ $MPa\sqrt{m}$ ]
$\Delta K$ –	variação do fator de intensidade de tensão	[ $MPa\sqrt{m}$ ]
$\Delta K / t$ –	taxa de variação do fator de intensidade de tensão	[ $MPa\sqrt{m} / s$ ]
$P$ –	carga máxima no ensaio de CTOD	[N]
$\Delta P_{Qmin}$ –	incremento mínimo da taxa de carregamento durante o ensaio de CTOD	[N/s]
$\Delta P_{Qmax}$ –	incremento máximo da taxa de carregamento durante o ensaio de CTOD	[N/s]
$r_p$ –	fator de rotação plástica - igual a 0,44 pela ASTM E-1290 [10] para corpos de prova de flexão	[adimensional]
$V_m$ –	$V_p$ em condições de ensaio de CTOD <sub>m</sub>	[mm]
$V_p$ –	componente plástica do deslocamento total do “clip gage”, $V_g$ , no ensaio de CTOD	[mm]
$V_g$ –	deslocamento total do “clip gage” no ensaio de CTOD	[mm]
$W$ –	largura do corpo de prova de CTOD	[mm]
$(W - a)$ –	comprimento do ligamento do corpo de prova de CTOD	[mm]
$z$ –	distância do ponto de tomada de medidas do “clip gage” no rabo de andorinha até a superfície no final do entalhe	[mm]

### ***Letras Gregas***

$\sigma_e$ –	limite de escoamento	[MPa]
$\nu$ –	coeficiente de Poisson	[adimensional]
$\delta$ –	CTOD - deslocamento da abertura da ponta da trinca	[mm]
$\delta_e$ –	componente elástica do CTOD	[mm]
$\delta_m$ –	CTOD <sub>m</sub>	[mm]
$\delta_p$ –	componente plástica do CTOD	[mm]

## ***Abreviações***

<b>AES –</b>	técnica de Auger para análise de superfície (“Auger electron spectroscopy” ou “Auger analysis”)	
<b>BGG –</b>	região bainítica de grãos grosseiros da zona afetada pelo calor	
<b>BGF –</b>	região bainítica de grãos finos da zona afetada pelo calor	
<b>Carga –</b>	mistura de hidrocarbonetos que entra em uma determinada planta ou em determinado equipamento para ser processada.	
<b>CCT-</b>	curva de transformação por resfriamento contínuo (“Continuous cooling transformation”)	
<b>CMOD –</b>	“crack mouth opening displacement” – deslocamento da abertura da boca da trinca	
<b>CP –</b>	corpo de prova – espécime utilizado, com dimensões padronizadas, para a realização de ensaio mecânico	
<b>CTF -</b>	crescimento da trinca por fadiga	
<b>CTOD –</b>	ou “ $\delta$ ” - “crack tip opening displacement” – deslocamento da abertura da ponta da trinca	[mm]
<b>CTOD<sub>m</sub> –</b>	ou “ $\delta_m$ ”- CTOD crítico no ponto em que se atinge a carga máxima de platô. Isto ocorre próximo da zona de alta tenacidade, com temperaturas acima da temperatura de transição (patamar superior), conforme figura 2.11	[mm]
<b>EDX –</b>	método de energia dispersiva de raio X - “energy dispersive X-ray”	
<b>END-</b>	ensaio não destrutivo	

<b>EPS –</b>	especificação de procedimento de soldagem – documento emitido a partir de uma RPQS, contendo um procedimento específico para a confecção de uma junta soldada ou para um grupo delas e que informa os parâmetros que deverão ser utilizados durante a realização da soldagem	
<b>GFZAC –</b>	região de grãos finos da zona afetada pelo calor	
<b>GGZAC –</b>	região de grãos grosseiros da zona afetada pelo calor	
<b>HDT-</b>	“hydro desulfuring treatment” – unidade de hidro-tratamento para retirada de enxofre da carga	
<b>heat input-</b>	aporte de calor ou taxa de deposição de energia por unidade de comprimento	[kJ/mm]
<b>MB-</b>	metal de base – metal que será unido no processo de soldagem	
<b>MEV –</b>	microscopia eletrônica de varredura	
<b>MO-</b>	microscopia ótica	
<b>MPT –</b>	“minimum pressurizing temperature” – temperatura mínima de pressurização antes da pressurização completa dos reatores de HDT	
<b>MS-</b>	metal de solda, metal de adição ou metal depositado	
<b>pop in-</b>	descontinuidade na curva da força em função do $V_p$ - é caracterizada pelo aumento repentino do deslocamento e, em geral, decréscimo da carga	
<b>RIC -</b>	região inter-crítica ( $A_{c1} < T < A_{c3}$ ) da zona afetada pelo calor	
<b>RQPS-</b>	registro de qualificação de procedimento de soldagem – documento onde estão devidamente registrados os ensaios realizados e as variáveis utilizadas na qualificação de especificações procedimento de soldagem (EPS)	

<b>SAW –</b>	“submerged arc welding” – processo de soldagem por arco elétrico submerso
<b>SC –</b>	“Step Cooling”
<b>SMAW –</b>	“shielded metal arc welding” – processo de soldagem a arco elétrico por eletrodo revestido
<b>Step Cooling -</b>	tratamento térmico em que o aço é exposto a um conjunto de patamares de temperaturas por tempos determinados, intercalados com taxas de resfriamento fixas na redução da temperatura, na faixa de temperatura em que há susceptibilidade à fragilização pelo revenido.
<b>TTAT –</b>	tratamento térmico de alívio de tensões
<b>ZAC –</b>	zona afetada pelo calor ou zona termicamente afetada (ZTA) – região da junta soldada onde o metal de base não se fundiu, mas cujas propriedades mecânicas e microestrutura foram alteradas devido a geração de calor
<b>ZTA -</b>	zona termicamente afetada ou zona afetada pelo calor (ZAC)

### ***Siglas***

<b>AISI –</b>	American Iron and Steel Institute
<b>API –</b>	American Petroleum Institute
<b>ASM –</b>	American Society for Metals
<b>ASTM –</b>	American Society for Testing and Materials
<b>BSI –</b>	British Standard Institute
<b>CENPES –</b>	Centro de Pesquisas Américo Leopoldo Miguez de Melo no Rio de Janeiro – RJ (PETROBRAS)
<b>ISO –</b>	International Organization for Standardization

<b>PETROBRAS</b>	–	Petróleo Brasileiro S.A.
<b>PEMEX</b>	–	Petróleos Mexicanos S.A.
<b>RBC-</b>		Rede Brasileira de Calibração
<b>REPLAN</b>	–	Refinaria do Planalto em Paulínia-SP (PETROBRAS)
<b>REVAP</b>	–	Refinaria Henrique Lage em São José dos Campos-SP (PETROBRAS)
<b>RPBC</b>	–	Refinaria Presidente Bernardes - Cubatão em Cubatão - SP (PETROBRAS)
<b>WRC</b>	–	Welding Research Council

## **Capítulo 1**

### **Introdução**

Aços liga resistentes a alta temperatura, têm como base a adição de cromo e molibdênio e são largamente utilizados na indústria de petróleo e petroquímica, particularmente em reatores de unidades de hidrocessamento, utilizados para retirada de enxofre e em reatores de unidades de hidrocraqueamento, bem como em componentes de outros equipamentos, como caldeiras e trocadores de calor, sujeitos a altas temperaturas de operação. Também são muito usados na indústria de geração de energia, em componentes como turbinas a vapor, cabeçotes e tubulações de condução de vapor. Seu uso tem se mostrado interessante, principalmente onde a resistência à fluência, à oxidação e ao ataque por hidrogênio é requerida.

A crescente demanda por derivados de petróleo, particularmente por produtos leves, tem conduzido a uma necessidade de se processar óleos pesados de alto teor de enxofre, tais como o do campo de Marlim, na Bacia de Campos, gerando a necessidade de novas técnicas de refino, que por sua vez provocaram mudanças nos mecanismos de degradação dos materiais utilizados nos equipamentos. As atuais unidades de hidrocraqueamento, de retirada de enxofre e de liquefação na indústria de petróleo e petroquímica requerem vasos de pressão que possam operar em temperaturas cada vez mais elevadas (400 a 500°C) e em pressões de operação cada vez mais altas (acima de 10 MPa). Proveniente disto surgiu a necessidade de desenvolvimento de novas

técnicas de prevenção, avaliação e controle da degradação de materiais, além do aprimoramento das já existentes, visando inclusive uma melhor avaliação da integridade estrutural de equipamentos pressurizados [39].

Relacionado a este aspecto da avaliação de integridade, quando se trabalha com aços submetidos a altas temperaturas, um dos problemas mais comuns que surge é o da “fragilização pelo revenido”, fenômeno que tem causado prejuízos à indústria por muitas décadas e está associado a aços liga revenidos. Ele é particularmente encontrado em níveis de liga mais altos, necessários para ativar um endurecimento ao longo de seções bastante espessas. A necessidade de se utilizar lingotes maiores aumenta a segregação de impurezas e implica em taxas de resfriamento menores na faixa de temperatura de 343°C a 593°C. Este costuma ser um dos primeiros fatores que levam à fragilização pelo revenido. Também é comum surgir, após longo tempo de operação, a fragilização pelo revenido, em decorrência do tempo de exposição do aço à alta temperatura.

O aço ASTM A 387 grau 22 pode apresentar a fragilização pelo revenido depois de determinado tempo de operação. Quando se trabalha com altas espessuras, é necessário obrigatoriamente o revenimento para aliviar as tensões residuais surgidas durante o resfriamento da junta, o que também poderá levar ao fenômeno. A presença de juntas soldadas nos equipamentos construídos com este tipo de material aumenta a susceptibilidade à fragilização pelo revenido, já que as regiões do metal de solda (MS) e da zona afetada pelo calor (ZAC) ou zona termicamente afetada (ZTA) terão suas microestruturas afetadas. De qualquer maneira, a ZAC costuma ser uma das que apresenta, na prática, problemas relacionados à fragilização e aquela onde os valores finais de dureza são mais elevados. É também, e principalmente, a região mais propensa a apresentar defeitos planares.

Estudos sobre o comportamento deste aço mostram que apesar de estarem sujeitos à fragilização pelo revenido, a depender da faixa de temperatura e do tempo de utilização nesta temperatura, ele apresenta bom comportamento quanto a resistência à fluência, resistência à tração e tenacidade em altas temperaturas. A grande preocupação que se tem hoje na indústria de petróleo e petroquímica, com relação a este aço, é quanto ao seu comportamento na temperatura

ambiente. As possibilidades de falha se multiplicam principalmente em situações de parada e partida de unidades que dispõe de reatores construídos com este material, devido à possível fragilização dos mesmos quando submetidos a longo tempo de exposição a altas temperaturas. Acidentes que ocorreram nestas condições são relatados por alguns autores [25, 32, 39] e estão geralmente relacionados à junta soldada dos equipamentos.

Atualmente estão em fase de projeto ou montagem no país várias unidades de HDT (Hydro Desulfuring Treatment). A grande maioria das refinarias de petróleo do país disporá em breve deste tipo de unidade, sendo que em outras como a REPLAN (Refinaria do Planalto – Paulínea - SP) e a RPBC (Refinaria Presidente Bernardes de Cubatão) elas já estão em funcionamento. Estas unidades têm como objetivo básico a retirada de enxofre da sua carga (mistura de hidrocarbonetos que entra em uma determinada planta ou em determinado equipamento para ser processada). O óleo Diesel assim produzido é um produto de alta qualidade, pois pode conter teores de enxofre menores que 0,13% em peso, com redução de mais de 90% no teor de enxofre do óleo Diesel processado, sendo um derivado de petróleo adequado para o consumo nas grandes cidades, visando assim minimizar os efeitos da poluição urbana. As unidades de HDT dispõem de reatores que trabalham a altas temperaturas. A carga destes reatores vem de um forno que queima gás combustível para geração de calor, e que pode elevar a temperatura da mistura acima de 400°C, nível suficiente para que as reações catalíticas sejam promovidas nos reatores. Para esta e outras aplicações a altas temperaturas, tem sido muito utilizado no Brasil o aço ASTM A 387 grau 22, classe 2 [7] (2,25Cr-1Mo). O uso já comum deste material no Brasil, agora ampliado pelas novas unidades em construção, motiva estudos no campo da tenacidade à fratura em tal material. A presença comum de juntas soldadas em equipamentos que utilizam este aço em altas temperaturas motiva ainda mais tais estudos, já que as juntas soldadas são regiões heterogêneas de metalurgia mais complexa.

Plantas de processo de petróleo e de geração de energia são projetadas para um determinado período de vida útil. Há um grande interesse em se expandir esta vida útil, devido aos ganhos econômicos decorrentes disto. Equipamentos que operam à alta temperatura tem sua vida limitada pela degradação dos materiais utilizados [39]. De tal maneira, por objetivos

econômicos óbvios de aumento da vida útil de equipamentos, avaliações estruturais de aços submetidos à fragilização pelo revenido se fazem cada vez mais necessárias.

Alguns estudos da fragilização pelo revenido neste tipo de aço já foram desenvolvidos. O Welding Research Council (WRC), dos EUA, publicou em Fevereiro de 1982 um trabalho que resume as experiências obtidas ao longo de 25 anos de trabalho e pesquisa com este aço, no mundo [25]. Aqui no Brasil citam-se os trabalhos feitos por Paulo [39], Kessler [32], Souza [45], Jorge e outros [29-31] e Teixeira e outros [46]. No entanto tais trabalhos avaliaram a tenacidade do material através da sua temperatura de transição e da energia de impacto com ensaios tipo Charpy. Há uma carência no Brasil de estudos que avaliem a tenacidade à fratura associada ao fenômeno da fragilização pelo revenido, por meio de parâmetros de tenacidade à fratura relacionados à mecânica da fratura (CTOD, Integral J, ou  $K_{IC}$ ), neste tipo de aço. Esses parâmetros têm muito mais significado quanto à propagação de trincas do que os ensaios de impacto, por serem mais sensíveis a mudanças microestruturais de tal maneira torna-se mais confiável prever o comportamento de equipamentos construídos com o aço ASTM A 387 grau 22 (2,25Cr-1Mo) durante períodos de parada e partida dos mesmos. Os ensaios de tenacidade à fratura deste trabalho foram concentrados nas regiões microestruturais da zona afetada pelo calor (ZAC) da junta soldada, por ser esta uma das regiões em que os defeitos surgidos através dos processos de soldagem, ou em função da fragilização surgida em serviço, estão mais sujeitos à falha. Além disto outros trabalhos já foram executados nas mesmas chapas, em juntas de produção idênticas às que foram utilizadas na montagem dos reatores da RPBC. Atualmente o Centro de Pesquisas da PETROBRAS (CENPES – Centro de Pesquisas Américo Leopoldo Miguez de Melo – Rio de Janeiro - RJ) ainda dispõe de chapas dos mesmos lotes que foram utilizados na montagem dos reatores da RPBC e da REPLAN. Em trabalhos anteriores foram pesquisadas as seguintes propriedades antes e depois dos tratamentos de simulação de fragilização pelo revenido: a energia absorvida no ensaio de impacto, a temperatura de transição, a dureza, a resistência à tração, as variações microestruturais e o comportamento da trinca em regime de fluência [32, 39, 45]. Como não se dispõe de juntas de produção construídas com estas chapas para as obras da RBPC e da REPLAN, trabalhou-se com as mesmas chapas utilizadas na obra da REPLAN e reproduziu-se uma junta soldada com os mesmos parâmetros definidos na especificação de procedimento de soldagem (EPS) original. Não houve como se utilizar exatamente os mesmos lotes do metal de adição das juntas de produção originais, por não haver

mais disponibilidade dos mesmos. Este fato dificultaria comparações dos resultados deste trabalho com os trabalhos anteriores [32, 39, 45] caso fosse analisada a região do metal depositado da junta soldada. As variáveis essenciais [5] da EPS original foram mantidas, de maneira que o efeito térmico sobre a zona afetada pelo calor (ZAC) da nova junta fosse o mais próximo possível do efeito térmico sobre as ZACs das juntas de produção originais.

## 1.1 Objetivos

O objetivo deste trabalho foi caracterizar e analisar a microestrutura e a tenacidade à fratura, na temperatura ambiente, em juntas soldadas do aço liga Cr-Mo do tipo ASTM A 387 grau 22 classe 2, tratado termicamente por "Step Cooling" com e sem aplicação de tensão, visando simular a fragilização pelo revenido. O parâmetro de tenacidade à fratura analisado foi o CTOD<sub>m</sub> ("crack tip opening displacement"), em juntas soldadas de topo com chanfro em "K" nas regiões de grãos grosseiros da zona afetada pelo calor (GGZAC) e de grãos finos da zona afetada pelo calor (GFZAC).

Os ensaios de tenacidade à fratura deste trabalho foram concentrados nas regiões microestruturais da zona afetada pelo calor (ZAC) da junta soldada, por ser esta uma das regiões em que os defeitos surgidos através dos processos de soldagem, ou em função da fragilização surgida em serviço, estão mais sujeitos a uma propagação instável.

A simulação da fragilização pelo revenido foi feita por meio do tratamento térmico de "Step Cooling", com e sem a aplicação de tensão de 138,6 MPa. Também foram analisadas as juntas soldadas na condição sem "Step Cooling", bem como o metal de base, para fins de comparação dos resultados.

Análise química foi realizada com o objetivo de confirmar a composição química e o teor de impurezas do material.

Análise metalográfica foi realizada com a finalidade de determinar parâmetros microestruturais das amostras, localizar o plano da trinca dos corpos de prova de CTOD,

quantificar o percentual de região de grãos grosseiros e de grãos finos atingido pelas trincas e se possível associar tais parâmetros ao fenômeno da fragilização pelo revenido correlacionando-os com os resultados de tenacidade à fratura.

Ensaaios mecânicos auxiliares de dureza e tração foram realizados, respectivamente com os objetivos de verificar a eficácia do tratamento de “Step Cooling” com e sem tensão por meio da redução dos valores de dureza, e determinar a tensão de escoamento e o módulo de elasticidade do material para utilização no cálculo dos valores de CTOD<sub>m</sub>.

Os ensaios de CTOD (“crack tip opening displacement”) forneceram dados para uma avaliação de prováveis mudanças de comportamento quanto à tenacidade à fratura nas diferentes regiões microestruturais da zona afetada pelo calor deste aço, antes e após as simulações do fenômeno da fragilização pelo revenido.

Microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada para auxiliar na caracterização dos mecanismos de fratura.

## **Capítulo 2**

### **Revisão da Literatura**

#### **2.1 Os Reatores de HDT**

No início da década de 1930, surgiram na Alemanha os primeiros vasos de pressão fabricados com aço baixa liga à base de cromo e molibdênio, temperado e revenido, para serem utilizados em unidades de hidrogenação de alta pressão. Plantas de hidrogenação para a produção de combustíveis a partir do carvão foram construídas em 1926, com pressões de operação de 29,6 MPa (4300 psi) e tiveram sua pressão aumentada para 68,8 MPa (10.000 psi) a partir de 1935. Ao todo cerca de 120 reatores foram fabricados. O aço empregado na parte estrutural destes vasos era baixa liga, tinha composição nominal de 2,25Cr–0,3Mo e a resistência ao ataque por hidrogênio a temperaturas até 482°C (900°F) era requerida. Durante mais de 10 anos de operação não houve caso de falha dos reatores sob operação normal. Alguns vasos foram danificados durante a Segunda Guerra Mundial, mas foram adequadamente reparados por soldagem com revenimento local. No entanto precauções especiais não foram tomadas para a retirada do hidrogênio dissolvido na parede dos vasos durante a parada dos reatores e para evitar corrosão sob tensão na presença de sulfeto [25].

Os primeiros reatores de hidrocraqueamento feitos de aço 2,25Cr-1Mo temperado e revenido para aumento da resistência mecânica, foram fabricados para a Refinaria de Chevron's Richmond (Califórnia) em 1966, e neste mesmo ano pararam para ser reparados por causa de uma série de trincas. O complexo de Richmond Isomax consistia de cinco reatores de primeiro estágio e três de segundo estágio. Os reatores de primeiro estágio foram projetados com um revestimento interno de aço inoxidável austenítico estabilizado tipo AISI 347 na sua parte interna, com o propósito de conter o processo de fratura assistida pelo meio. As trincas detectadas tinham a forma transgranular e o aspecto ramificado e se iniciavam na superfície interna dos vasos ou perto dela, sempre associadas à soldagem dos bocais dos vasos e às soldas circunferenciais dos mesmos. Uma das trincas surgidas no bocal "N22" de um dos reatores de primeiro estágio, devido a uma inclusão de escória, evoluiu para uma falha, com vazamento durante a parada do reator. As soldas circunferenciais dos reatores, incluindo as que unem os tampos ao casco, foram feitas por processo de soldagem por arco submerso, enquanto as soldas dos bocais foram em geral feitas por processo de soldagem por eletrodo revestido. Nenhum dos dois processos de soldagem sofreu têmpera e revenido, mas somente alívio de tensão da solda entre 565°C (1050°F) e 580°C (1075°F) por 12 horas. Por causa desta temperatura de alívio relativamente baixa, as soldas tinham alta dureza e altos gradientes de dureza. Outro resultado da temperatura de alívio utilizada foi uma alta tensão residual. Os resultados dos ensaios mecânicos do bocal "N22" apresentaram principalmente um limite de resistência alto e uma tenacidade ao impacto abaixo dos requisitos mínimos especificados. As ações para o complexo de Richmond Isomax retornar ao serviço envolveram a remoção de trincas de todos os reatores, ressoldagem das áreas danificadas e tratamento térmico no campo, por meio de revenimento a 621°C (1150°F) por 18 horas. Esta experiência demonstrou a necessidade de duas importantes mudanças: limitar o limite de resistência à tração do aço 2,25Cr-1Mo a um nível abaixo do qual trincamento induzido pelo hidrogênio não pudesse ocorrer e requerer um nível de valores de tenacidade inicial bem mais alto neste aço [25].

No Japão, já eram amplamente utilizados reatores de hidroprocessamento, para dessulfurização de destilados de petróleo, desde fins da década de 60. As experiências adquiridas em operação e em inspeções de paradas identificaram mecanismos que conduziam a problemas nos reatores. O principal mecanismo de degradação do aço 2,25Cr-1Mo era a fragilização pelo

revenido e do metal de solda do aço inoxidável eram a fragilização pelo hidrogênio e a formação de fase sigma. Em março de 1974 ocorreu uma falha na Refinaria Mizushima durante uma parada para reparo de campo de um reator de HDT. Este reator foi removido de operação para ser convertido para uso em outro processo. A conversão se constituía em soldagem de reparo e tratamento térmico de alívio de tensões (TTAT) de aço 2,25Cr-1Mo em área da solda de união com o revestimento interno de aço inoxidável. Dentre as causas da fratura foram citados os altos níveis de tensão térmica, a fragilização pelo revenido do metal de base e trincas preexistentes nas soldas dos suportes de apoio. A fractografia do aço 2,25Cr-1Mo e os subseqüentes resultados dos ensaios de Impacto Charpy confirmaram a fragilização, com aumento da temperatura de transição da ordem de 100°C próxima à superfície interna. A tenacidade à fratura do aço fragilizado era de 33 a 44  $MPa\sqrt{m}$  (30 a 40  $ksi\sqrt{in}$ ) na metade interna da espessura da parede onde ocorreu a fratura. Trincas existentes na solda de união do aço inoxidável com o 2,25Cr-1Mo foram detectadas na fractografia. A causa básica destas trincas era a tensão residual existente na solda de união, devido ao alto diferencial da expansão térmica entre o revestimento interno de aço inoxidável e o aço 2,25Cr-1Mo. Na falha deste reator e outros casos similares, as trincas que se iniciavam em pequenos defeitos de solda se propagavam através do material fragilizado do casco dos reatores. Estas falhas e outras similares levaram a mudanças no projeto dos reatores da Chevron e da maioria das indústrias. Práticas atuais requerem que, em todas as áreas de alta tensão local, o aço inoxidável tipo AISI 347 seja aplicado depois do vaso ter sido tratado. Antes do tratamento, tais áreas devem ser revestidas com camada de aço inoxidável tipo AISI 309. Isto proporciona um revestimento na união por soldagem dúctil, resistente à formação de trinca, que não é fragilizável pela fase sigma. Além destes requisitos, há também práticas típicas que requerem que todos os revestimentos internos de aço inoxidável sejam unidos ao casco do reator somente após o tratamento térmico de alívio de tensões. Outra lição importante da falha deste reator durante o tratamento térmico é que o estado de tensões do mesmo deve ser limitado quando o reator se aproxima da temperatura ambiente para prevenir a fratura frágil advinda da fragilização pelo revenido do aço 2,25Cr-1Mo. Durante tratamentos efetuados no campo, o reator deve ser aquecido de maneira uniforme, sem gradientes de temperatura, para minimizar os efeitos da tensão térmica. Como precaução o reator deve ser aquecido por inteiro no mínimo até uma certa temperatura na qual sua tenacidade à fratura é alta (177°C). A mesma linha de raciocínio reforça a necessidade de se restringir a pressurização durante a parada e a partida destes reatores,

como meio de limitar a tensão, quando a tenacidade do material está baixa [25]. Alguns autores [23] definem como MPT (“minimum pressurizing temperature”), a temperatura mínima de pressurização, antes dos reatores de HDT serem completamente pressurizados. Desde que a fratura frágil pode ocorrer se um aço for tensionado abaixo de sua temperatura de transição na presença de defeitos suficientemente grandes, os reatores de HDT são pré-aquecidos até a MPT antes de serem completamente pressurizados. Esta temperatura é escolhida para ser segura acima da temperatura de transição para um aço específico. A tensão dos reatores é limitada a não mais do que 20% da tensão de escoamento enquanto o material do reator estiver abaixo da MPT, reduzindo em muito a probabilidade de fratura frágil [23]. Houve uma progressiva redução da MPT nas últimas décadas devido à melhoria do entendimento do fenômeno da fragilização pelo revenido e das práticas de fabricação dos aços [23]. Segundo Buscemi [23], aumentar a MPT dos reatores à medida que o tempo de serviço aumenta não seria necessário, já que a temperatura de transição deveria eventualmente alcançar um valor máximo.

Após a lição da Refinaria Mizushima no Japão, de estudos sobre a influência de elementos de impurezas na fragilização pelo revenido e do desenvolvimento do fator  $J$ , sobre o qual será tratado mais tarde no item 2.3, o Japão se tornou a primeira fonte de aço para vasos de pressão onde o controle da fragilização pelo revenido era desejado. Fabricantes de aço japoneses aplicaram imediatamente após o acidente os controles necessários ao processo e ofereceram aços com um fator  $J$  máximo de 200 [42].

Ainda na década de 70, em refinaria da PEMEX em Salamanca, no México, durante parada de emergência de uma unidade de hidrocrackeamento, um resfriamento rápido foi provocado por situação extraordinária em que houve quebra da bomba de recirculação, incêndio na parte inferior do reator, despressurização rápida e jato d'água sobre o casco do reator. Não foram detectadas trincas na inspeção feita a seguir, mas foi observado um descolamento do revestimento interno da chapa de aço inoxidável [25].

Em outubro de 1990, dois reatores de hidroprocessamento e quatro de hidrocrackeamento da Refinaria do Complexo da Unical, em Los Angeles, fabricados com aço 2,25Cr-1Mo, foram

retirados definitivamente de operação, após 26 anos de operação em função de várias trincas detectadas no revestimento [25].

O reator de HDT que deu base para este trabalho, tanto pelo fornecimento das chapas, quanto pela EPS (especificação do procedimento de soldagem) [5] utilizada, quanto pelos trabalhos e bibliografia anterior que utilizaram juntas de produção do mesmo, é o reator projetado pela PETROBRAS para a Refinaria do Planalto (REPLAN) em Campinas. A parte estrutural deste reator é constituída basicamente por uma parede composta de três camadas, esquematizada na figura 2.1 [32].

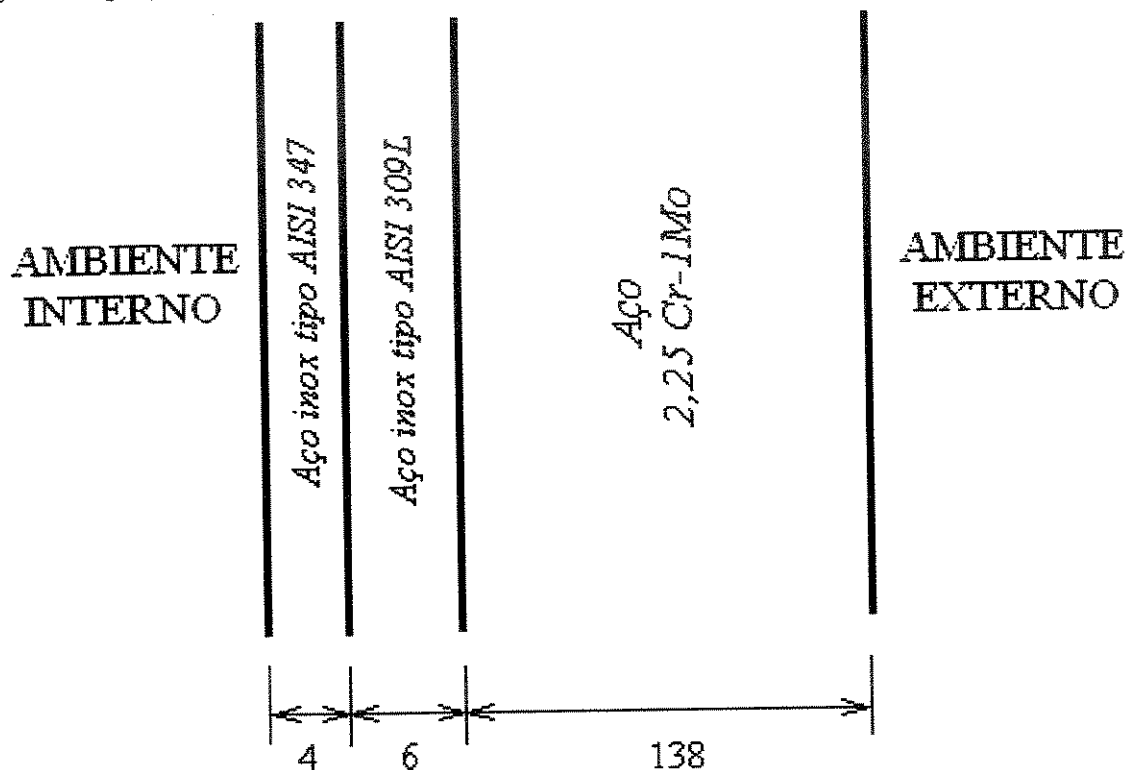


Fig.2.1: Esquema da parede do reator de HDT (dimensões em mm) [32].

Pode-se observar que a camada mais externa é uma chapa de 138 mm fabricada com aço 2,25Cr-1Mo. Esta é a chapa principal do reator, com finalidade estrutural. Internamente é feito um revestimento com uma camada de aço inoxidável austenítico tipo AISI 347, que protege o equipamento da atmosfera altamente corrosiva constituída de gás sulfídrico em alta temperatura. Um revestimento intermediário de aço inoxidável tipo AISI 309L, com 6 mm de espessura, completa o revestimento interno duplo ("clad") e faz o que pode ser chamado de uma "transição

mais suave” entre a chapa de aço 2,25Cr-1Mo e o aço inoxidável tipo AISI 347, absorvendo trincas e microtrincas provocadas pela pressão de serviço, associada à corrosão da parede interna, ou ainda pela sustentação dos leitos de catalisadores. O aço tipo AISI 309L é necessário por ter um coeficiente de dilatação térmica intermediário ao da chapa de aço 2,25Cr-1Mo e o do revestimento de aço tipo AISI 347, que possuem grande diferença de coeficientes entre eles.

A tensão de tração a que está solicitado o aço 2,25Cr-1Mo do casco deste reator, quando sujeito à pressão máxima de trabalho, é de 138,6 MPa [39]. O equipamento opera a uma temperatura de 435°C e a uma pressão interna de 10 MPa [45].

## **2.2 Aços 2,25Cr-1Mo**

Os reatores de hidroprocessamento feitos no Brasil são geralmente projetados de acordo com a divisão 2, da seção VIII, do código ASME [4] para caldeiras e vasos de pressão. O material do metal de base do aço 2,25Cr-1Mo tem como especificação básica a norma ASTM A 387 para chapas [7], sendo grau 22, classe 2 e a norma ASTM A 336 grau F22 para forjados [8]. Tanto o aço ASTM A 387 grau 22, quanto o aço ASTM A 336 grau F22 tem composição nominal de 2,25% de cromo e 1% de molibdênio. Além dos requisitos da norma de fabricação, os fabricantes e compradores também especificam uma tenacidade mínima do metal de base conforme será apresentado na equação 2.4 [7].

As chapas feitas através da especificação A 387 grau 22, classe 2, são atualmente uma das chapas de aço baixa liga à base de cromo e molibdênio mais utilizadas na indústria brasileira para trabalho à alta temperatura. Este aço apresenta as seguintes propriedades mecânicas: boa resistência mecânica, alta tenacidade, boa resistência ao trabalho a quente (característica conferida pelo molibdênio) e à ação do hidrogênio. Além disto responde bem a tratamentos térmicos em grandes espessuras [32]. O comportamento do crescimento de trincas sob regime de fluência deste aço pode ser considerado bom [45]. Para encontrar os requisitos combinados de alta tenacidade inicial e baixa susceptibilidade à fragilização pelo revenido, práticas especiais de fabricação do aço são necessárias. Para se obter uma tenacidade inicial alta, o aço 2,25Cr-1Mo é degaseificado a vácuo, fundido em fornalha elétrica e dessulfurado para abaixo de 0,010%, além

de acalmado ao alumínio para produzir um produto final de grãos moderadamente finos. O tamanho de grãos refinado é benéfico no abaixamento da temperatura de transição. Para se obter baixa susceptibilidade à fragilização pelo revenido, os teores de fósforo são limitados a 0,010% ou abaixo e outras impurezas (estanho, arsênio, antimônio) restringidas a níveis tão baixos quanto seja praticável. Alguns fabricantes de aço limitam o teor de silício em valores máximos de 0,1%, mas esta prática não é universal e não é inteiramente necessária para resistir à fragilização pelo revenido se outros elementos são limitados a níveis suficientemente baixos. O teor de estanho, por sua vez, é mantido tão baixo quanto possível pelo controle rigoroso da matéria prima básica e da sucata. Para a máxima endurecibilidade em seções espessas, o teor de carbono é controlado no limite superior da faixa de 0,13 a 0,15%. Composições típicas apontadas para a maioria dos elementos de liga estão no valor médio das faixas especificadas ou acima, ou seja, 2,25% de cromo e 1% de molibdênio [25].

Os limites de composição química estabelecidos pela norma ASTM A 387/ A 387M-99 [7] estão mostradas na tabela 2.1, a seguir. Os fatores  $X$  e  $J$  serão discutidos no item 2.3.

Tab.2.1: Limites (mínimo e máximo) de composição química, em % em massa, do aço A 387 gr 22, classe 2

	C	Mn	Cr	Mo	P(max)	S(max)	Si(max)	fator $X$	fator $J$
Análise a quente	0,05-0,15	0,30-0,60	2,00-2,50	0,90-1,10	0,035	0,035	0,50	$\leq 15$	$\leq 150$
Análise do produto	0,04-0,15	0,25-0,66	1,88-2,62	0,85-1,15	0,035	0,035	0,50	n.a.	n.a.

### 2.3 O Fenômeno da Fragilização pelo Revenido

A fragilização pelo revenido é um problema metalúrgico de longa duração, cujas causas estão sendo melhor entendidas nas últimas décadas por causa de novas abordagens teóricas e da recente disponibilidade de equipamentos de análise superficial capazes de detectar a segregação do contorno de grão em escala atômica. Os muitos artigos de revisão sobre a fragilização pelo revenido mostram que fatores como a composição química e as condições do tratamento térmico, incluindo a taxa de resfriamento, que induzem à fragilização pelo revenido, são bem conhecidos [50], muito embora as causas da fenômeno até hoje ainda sejam estudadas [23].

A fragilização pelo revenido se desenvolve em aços liga quando aquecidos isotermicamente ou resfriados lentamente dentro da faixa de temperatura em que há susceptibilidade ao fenômeno, e se refere à perda progressiva de tenacidade ao entalhe sob estas condições. A faixa exata de temperatura depende em muito da composição química do aço [6]. A API RP 579 [3], que é utilizada para avaliação de integridade e adequação de equipamentos ao uso, menciona, no seu apêndice F, a faixa de 343°C (650°F) a 593°C (1100°F) para a ocorrência da fragilização pelo revenido no aço 2,25Cr-1Mo. Cita também que a tenacidade pode ser afetada para trabalho a temperaturas de até 149°C ou mais [3]. A ocorrência de fragilização pelo revenido pode ser detectada levantando-se as mudanças na temperatura de transição em corpos de prova entalhados de ensaio de impacto, antes e depois do tratamento térmico. Em muitos casos, a dureza e as propriedades de resistência à tração do material não apresentam modificações como resultado da fragilização, mas a temperatura de transição pode cair em mais de 100°C para a condição do aço fragilizado pelo tratamento térmico. Esta mudança na temperatura de transição dúctil-frágil está associada à fratura intergranular ao longo dos contornos de grão de austenita prévia [26]. O mecanismo de fratura se torna progressivamente mais intergranular e ocorre em temperaturas cada vez mais altas, à medida que o nível de segregação de impurezas nos contornos aumenta [37]. Apesar da fragilização pelo revenido promover fratura intergranular, aumentando a temperatura de transição, o patamar superior e o patamar inferior do ensaio de impacto não são em geral afetados [23].

O mecanismo de fratura frágil muda da clivagem em aços não fragilizados, para a fratura intergranular, ao longo dos contornos de austenita prévia em aços fragilizados. Ocorre conseqüentemente um aumento na temperatura de transição dúctil-frágil [6]. A escolha da temperatura ambiente para os ensaios aqui realizados se deveu aos riscos existentes, no caso da temperatura de transição alcançar a temperatura ambiente após a fragilização pelo revenido. Yu e outros [55] afirmaram que a quantidade de fratura intergranular nos aços Cr-Mo não é uniforme sob a superfície de fratura, é maior nas regiões de iniciação da fratura e tem um valor máximo em uma temperatura particular de ensaio [55]. Foi demonstrado também que a fragilização pelo revenido aumenta significativamente a taxa de crescimento tanto das trincas de fadiga quanto das trincas de corrosão sob tensão [6]. Alguns autores apontam que as segregações de impurezas tais como o antimônio reduzem a energia coesiva do contorno de grão que, por sua vez, diminui o

nível de tensão localizada necessário para acelerar a propagação da microtrinca. A superfície fraturada de um material fragilizado por elementos fragilizantes, e analisada no microscópio eletrônico de varredura (MEV), tem sempre a aparência de uma fratura intergranular [26].

Em estudos prévios, autores têm mostrado que a fragilização ocorrida pelo longo tempo em operação de aços Cr-Mo é dependente principalmente de mudanças microestruturais associadas com a precipitação e o crescimento de carbeto, juntamente com o efeito de segregação de fósforo nos contornos de grão, entre outros elementos, se presentes [52]. Está bem estabelecido, portanto, que a tenacidade à fratura de plantas petroquímicas se deteriora em serviço por duas razões. Primeiro as partículas de carbeto, particularmente aqueles localizados nos contornos de grão de austenita prévia, aumentam de tamanho e promovem sítios facilitadores da nucleação de vazios e de trincas. Segundo, as elevadas temperaturas permitem que as impurezas se difundam relativamente rápido e se saturem nos contornos de grão [18]. O crescimento de partículas de carbeto facilita a difusão de impurezas para os contornos.

Os mais fortes elementos fragilizantes são: fósforo, antimônio, estanho e arsênio. Tais elementos normalmente estão presentes apenas em quantidades equivalentes a “traços” nos aços liga, mas tais quantidades são suficientes para causar a fragilização [26]. Quantidades relativamente pequenas destes elementos, da ordem de 100 ppm (0,01%) ou menos, tem mostrado causar fragilização pelo revenido [50]. Lalam e outros [34], por sua vez, concluíram que qualquer esforço para reduzir os efeitos da fragilização pelo revenido deveria ser focado de maneira primária na redução do teor de fósforo, no que concordam outros autores [37, 53, 54]. Os resultados foram obtidos por experimentos realizados por diversos autores e foi descoberto que, para um dado nível de impurezas, aços liga contendo cromo e níquel são fragilizáveis em maior escala que aços liga contendo níquel ou cromo separadamente [26].

A severidade da fragilização depende não apenas da quantidade de elementos nocivos presentes tais como antimônio, estanho e fósforo, mas também da composição geral da liga. Certos elementos de liga podem aumentar ou diminuir a segregação de impurezas nos contornos de grão dos espécimes fragilizados. Cromo, manganês, silício e em menor escala o níquel aumentam a fragilização pelo revenido na presença de fósforo, antimônio, e arsênio [26].

Sabe-se que o estanho e o antimônio são capturados pelo molibdênio, ou seja, o molibdênio na fase ferrita reduz a quantidade de Sb e Sn livres em solução, capazes de se difundir para os contornos, presumivelmente por algum tipo de composto formado [37]. A presença de molibdênio (0,2% a 0,3%) e tungstênio em baixas quantidades inibem a fragilização pelo revenido, mas teores mais altos, dependendo da liga, poderão não representar melhoria [6]. Segundo Yu e outros [53], à medida que o teor de molibdênio é aumentado a partir de zero, a concentração de molibdênio dissolvido aumenta e provoca captura do fósforo dissolvido. Embora o aumento do tempo de revenido faça com que o  $M_7C_3$  se forme às custas do  $M_3C$ , o efeito dominante é a captura do fósforo através da ligação com o molibdênio e a susceptibilidade à fragilização pelo revenido diminui. Quando o teor de molibdênio aumenta acima de 0,7%,  $M_2C$  substitui  $M_7C_3$ , aumentando o teor de cromo dissolvido e a susceptibilidade à fragilização novamente aumenta devido à segregação conjunta de cromo e fósforo [53]. Sabe-se que existem dois mecanismos para o molibdênio aliviar a fragilização pelo revenido induzida pelo fósforo. O primeiro mecanismo é o efeito de captura, no qual o molibdênio dissolvido na matriz alivia a segregação de fósforo para os contornos, se ligando ao mesmo na forma de fosfetos ricos em molibdênio ou aglomerados Mo-Fe-P [44]. Segundo Krauss [33] estes aglomerados são  $(Mo,Fe)_3P$  ou Mo-P. O segundo mecanismo é aumentar o efeito de coesão nos contornos, no qual o molibdênio é segregado para os contornos e aumenta a resistência dos mesmos. A segregação do molibdênio nos aços baixa liga pode ser uma segregação em equilíbrio, que é um processo termodinâmico e pode ser uma segregação fora de equilíbrio, que é um processo cinético e pode ocorrer durante a têmpera e revenimento com a ajuda de arranjos complexos soluto-vacância que se difundem em direção aos contornos com uma relativamente pequena migração de energia. A magnitude da segregação fora de equilíbrio aumenta com o aumento da temperatura devido ao aumento da concentração de vacâncias [44]. Diferenças na cinética de fragilização podem ser explicadas em termos dos efeitos de captura que o molibdênio provoca sobre impurezas e a diminuição deste efeito como um resultado da formação de carbeto ricos em molibdênio [37]. Portanto, pesquisas indicam que não somente elementos de impureza, mas a interação de impurezas com elementos de liga pode ser responsável pela segregação que conduz à decoesão dos contornos de grão na fragilização pelo revenido dos aços [33]. Foi demonstrado que a fragilização pelo revenido ocorre somente em aços liga de pureza comercial, mas não ocorre em aços liga comparáveis de alta pureza, como mostrado na figura 2.2 [26].

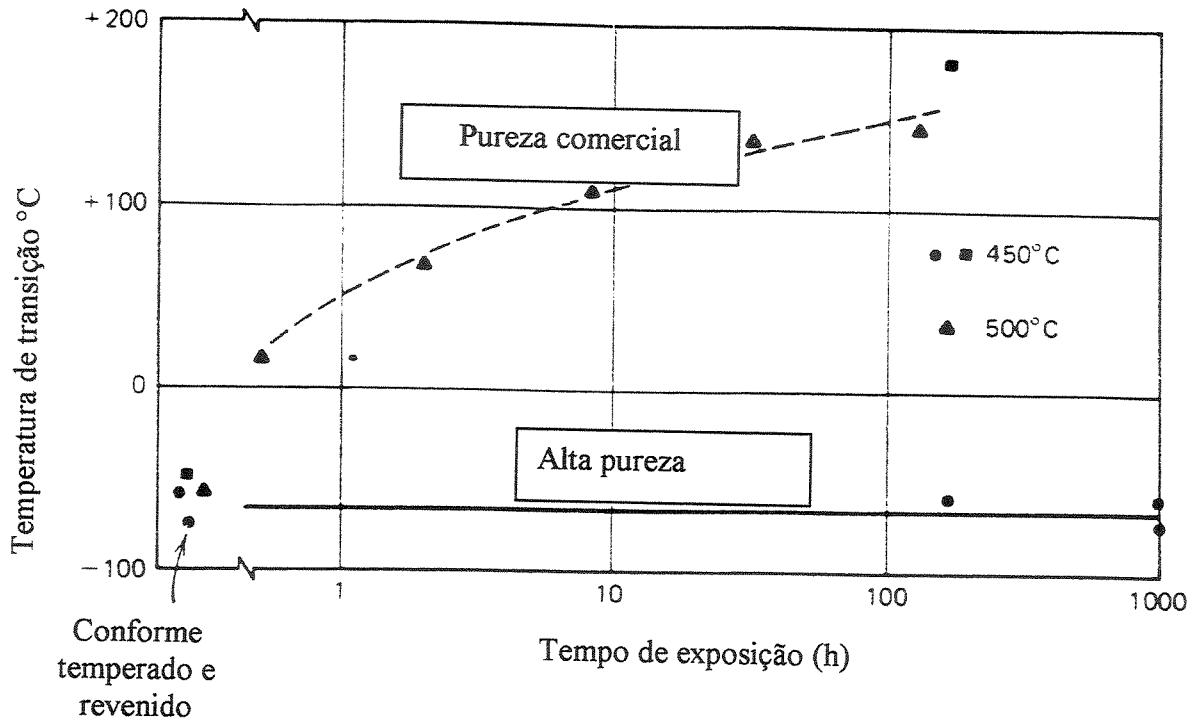


Fig.2.2: Efeito da exposição a 450°C e 500°C na fragilização pelo revenido em aços liga Cr-Ni comerciais e de alta pureza [26].

Quando um aço de impureza relativa é utilizado (acima de 1500 ppm de impurezas e acima de 0,1% de P), há um papel muito importante do molibdênio em minimizar a fragilização pelo revenido [6]. No entanto, o molibdênio parece não ser um elemento de liga necessário na produção de aços liga de alta pureza (abaixo de 500 ppm de impurezas e abaixo de 0,001% P), que não são susceptíveis a fragilização pelo revenido [6].

É muito citado na literatura [25, 34] o fator de correlação desenvolvido por Bruscato, para prever a susceptibilidade à fragilização pelo revenido conforme a equação (2.1), onde  $X$  é o fator de Bruscato e a concentração de cada elemento é dada em ppm.

$$X = \frac{10P + 5Sb + 4Sn + As}{100} \quad (2.1)$$

Também conhecido como fator  $X$ , este fator de fragilização está hoje previsto inclusive em normas de avaliação de integridade estrutural, tais como o API 579 [3]. Um outro fator de correlação também muito mencionado, que prevê a fragilização pelo revenido em aços Cr-Mo baixa liga, é o fator  $J$ . Desenvolvido originalmente para materiais de base, ele incorpora na sua fórmula manganês, silício, fósforo e estanho e está descrito na equação (2.2), onde os vários elementos estão expressos em porcentagem em massa.

$$J = [(Mn + Si) \times (P + Sn)] \times 10^4 \quad (2.2)$$

Outro fator de correlação também utilizado para prever a fragilização pelo revenido, desenvolvido no Japão e utilizado para metal de solda (MS), é o fator PE [39], descrito na equação (2.3), onde os valores estão expressos em porcentagem em massa.

$$PE = C + Mn + Mo + Cr/3 + Si/4 + 3,5(10P + 5Sb + 4Sn + As) \quad (2.3)$$

As especificações de materiais mais comuns solicitam um fator  $J$  menor que 150 ou 200, mas fatores menores que 120 tem sido vistos. O controle dos elementos do fator  $J$  no metal de base é crítico desde que estes elementos associados causam perda de tenacidade [22]. Para um fator  $J$  de 300, a temperatura de transição média depois do tratamento de “Step Cooling” é de cerca de 38°C (100°F), enquanto que para um fator  $J$  de 150 a temperatura de transição média alcançada após o mesmo tratamento é de apenas -1°C (30°F) [25].

Para se discutir o fator  $J$  é importante um melhor entendimento do efeito do manganês e do silício no fenômeno da fragilização pelo revenido já que estes elementos entram na fórmula do fator  $J$  multiplicando o efeito de impurezas como o fósforo e o estanho. Aços comerciais Cr-Mo geralmente contém certa quantidade de manganês e silício, adicionados intencionalmente, principalmente por causa do efeito benéfico do manganês na captura de enxofre e do silício para desoxidação. Segundo Yu e outros [54], quanto ao manganês, pode-se afirmar com certeza que pelo menos parte de sua influência na fragilização pelo revenido é devida a promover a segregação de fósforo graças à segregação conjunta de fósforo e manganês. Nem o manganês, nem o silício nem a combinação dos dois produz qualquer fragilização na ausência de fósforo.

Com relação ao silício há evidências de que sua segregação conjunta com o fósforo não ocorre. O efeito fragilizante do silício seria similar à interação do par silício/carbono com o ferro, no qual o silício rejeita carbono para a solução e faz com que ele se segregue de maneira mais forte na superfície livre e nos contornos de grão. De tal maneira, a adição de silício nos aços 2,25Cr-1Mo seria análoga a se adicionar mais fósforo. A interação silício-fósforo no ferro é portanto, repulsiva e conduz a um aumento mútuo de atividades aumentando a segregação do fósforo nos contornos, mas sem ocorrer segregação conjunta do silício [54].

A Böhler Thyssen [22] menciona que o fator  $J$  não é adequado para verificar o grau de fragilização pelo revenido no metal de solda, já que a rápida solidificação e taxa de resfriamento dos cordões de solda não dão tempo para a segregação conjunta de elementos, além do que ambos são necessários ao sistema do metal de solda, o manganês para desenvolver a tenacidade e o silício para desenvolver a soldabilidade, conforme já explicado. Watanabe e outros [50], que desenvolveram originalmente o fator  $J$ , em seus trabalhos verificaram, tanto para o fator  $J$  quanto para o fator  $X$ , uma pobre correlação com a susceptibilização à fragilização pelo revenido para um grande número de depósitos de solda feitos pelos processos de soldagem a arco elétrico por eletrodo revestido (SMAW) e por arco submerso (SAW) [25]. Especificações típicas atualmente, pedem por um fator  $X$  máximo de 15 [22].

Apesar destas considerações, o API RP 579 [3] utiliza o fator  $X$  para estimar a perda de tenacidade tanto no metal de solda quanto no metal de base. Além disto, o API RP 579 [3] correlaciona o fator  $X$  com a possibilidade de perda de tenacidade do aço 1,25Cr-0,5Mo devido à sua susceptibilidade à fragilização pelo revenido e o fator  $J$  com a possibilidade de perda de tenacidade do aço 2,25Cr-1Mo devido à sua susceptibilidade à fragilização pelo revenido [3]. Para depósitos por arco submerso com  $X$  acima de 15 e teor de Mn+Si acima de 1,4%, a tenacidade ao impacto Charpy pode ser reduzida por tratamento de “Step Cooling” para 27 Joules (20 ft-lb) a 10°C, o que corresponde a um incremento de até 67°C na temperatura de transição [25].

Segundo o “Metals Handbook” [6], a diminuição do teor de carbono também ajuda a reduzir a susceptibilidade à fragilização pelo revenido. Já o aumento do tamanho de grão

austenítico aumenta a susceptibilidade à fragilização pelo revenido, como já citado no item 2.2 [6]. Já Moss e outros [35] relataram que um teor de carbono na faixa de 0,1% a 0,2% não afetaria a susceptibilidade à fragilização pelo revenido, quando são mantidos os níveis de dureza e tamanhos de grãos controlados [35, 39]. Ainda segundo o “Metals Handbook” [6], a fragilização pelo revenido pode ocorrer em microestruturas diferentes da martensita. Porém a fragilização pelo revenido em microestruturas bainíticas é menos severa do que em estruturas martensíticas e ela é muito menos severa em estruturas perlíticas [6]. Paulo [39] concorda, afirmando que o aumento da dureza leva à maior susceptibilidade. Murza e outros [37], no entanto, encontraram temperaturas de transição mais altas para estruturas bainíticas revenidas em relação a estruturas martensíticas revenidas e justificaram este comportamento como característica fundamental da microestrutura bainítica, provavelmente tendo a ver com diferenças na distribuição e tamanho de carbeto [37].

Wada e outros [49], apontaram ainda que os contornos de grão ferrita/cementita seriam geralmente mais fortes do que os contornos de grão de ferrita quando o fósforo é segregado em ambos. Portanto, os contornos de grão que contém partículas de cementita sozinhas não se fragilizariam pelos átomos de fósforo segregado tanto quanto os contornos de grão de ferrita simples de teor de carbono muito mais baixo.

A fragilização pelo revenido é reversível, revenindo-se novamente a uma temperatura acima da faixa crítica de temperatura, seguindo-se de resfriamento rápido através desta faixa, restaura-se a tenacidade do material. Durante a permanência do aço acima da faixa crítica de temperatura, as impurezas nos contornos, principal causa do fenômeno, se dissolvem. Já os carbeto, necessitam de temperatura mais alta para haver reversão. A fragilização pelo revenido pode ser um problema crítico durante o alívio de tensões de estruturas fabricadas, porque as baixas taxas de resfriamento necessárias para prevenir distorções após o alívio de tensões da estrutura poderão causar fragilização pelo revenido [6]. Desta maneira aços têm sido desenvolvidos de modo a ter pequena susceptibilidade à fragilização pelo revenido durante o alívio de tensões. Hoje em dia, o problema da fragilização pelo revenido está parcialmente solucionado através de processos que garantem um alto controle de impureza dos aços [6]. A degaseificação à vácuo tem sido muito usada para reduzir bastante a presença de hidrogênio e

aços têm se tornado mais limpos. O mais eficiente ataque na remoção de elementos prejudiciais à tenacidade tem sido o desenvolvimento da “metalurgia de panela”, um tipo de fabricação de aço na qual o aço fundido é refinado em um vaso separado da fornalha de fusão. Dessulfurização, desfosforização, degaseificação, controle das formas de inclusão e ligamento são todos acabados neste vaso, em um grau impossível de se fazer em uma fornalha. Portanto o fósforo, que dá a maior contribuição para a fragilização pelo revenido e o enxofre, que é a maior fonte de inclusões, podem assim ser reduzidos a níveis muito baixos [50].

Badeshia, em artigo recente [18], cita que as rotas tradicionais para evitar a fragilização pelo revenido envolvem a redução da concentração de impurezas e a adição de solutos substitucionais. Um soluto causa fragilização pela redução da coesão através dos planos dos contornos, mas por outro lado, estes solutos, que aumentam as ligações covalentes normais para os contornos, devem reduzir a fragilização. O boro é um exemplo deste tipo de soluto que aumenta a tenacidade e o fósforo é um exemplo de soluto que a reduz. Outra possibilidade, que nunca foi investigada, seria a de reduzir a energia dos contornos de grão de austenita prévia. Isto poderia ser feito com a estrutura do grão de austenita com textura cristalograficamente forte. Os contornos de grãos austeníticos resultantes teriam um alto grau de ajuste e portanto seriam menos propensos à segregação de impurezas [18].

Lalam, em conjunto com o mesmo Badeshia e outros [34], também em artigo recente, afirmam no entanto, que qualquer tentativa de redução dos efeitos da fragilização pelo revenido deveriam se focar primariamente na redução do fósforo. O efeito do arsênio, do antimônio e do estanho em seu trabalho foi imperceptível, segundo eles [34], por causa provavelmente da influência dominante do fósforo. Murza e outros, em artigo mais antigo [37], confirmam e deixam claro que todos os esforços para se evitar a fragilização pelo revenido deveriam ser feitos para se reduzir o teor de fósforo em chapas comerciais de aço 2,25Cr-1Mo, além de manter o teor de manganês em níveis razoavelmente baixos ( $< 0,3\%$  parece suficiente) e eliminar o uso de silício como um elemento de adição desoxidante onde quer que isto seja praticável [37]. Qu e outros [43], ressaltam ainda a importância de se proteger o molibdênio de se precipitar em forma de carbeto, o que é esperado em reações de revenimento de longa duração [43].

## 2.4 Microestrutura do Aço 2,25Cr-1Mo

A bainita é um microconstituente formado sob condições de resfriamento contínuo ou de transformação isotérmica intermediárias àquelas da formação da perlita e da martensita e por causa disto tem similaridades estruturais e de transformação tanto com a martensita quanto com a perlita [33].

Similar à perlita, a bainita é uma mistura das fases ferrita e cementita, e é portanto dependente da partição por difusão controlada do carbono entre a ferrita e a cementita. Entretanto, diferentemente da perlita, a ferrita e a cementita estão presentes em arranjos não lamelares, cujas características são dependentes da composição da liga e da temperatura de transição.

Similar a martensita, a ferrita da bainita pode se apresentar em forma de agulhas ou placas contendo estrutura carregada de discordâncias e por extensão, portanto, o mecanismo de formação da bainita envolve tanto cisalhamento quanto difusão.

Há duas morfologias principais ou formas da bainita: a bainita superior, que se forma em uma faixa de temperatura logo abaixo da formação de perlita e a bainita inferior que se forma a temperaturas próximas à martensita. A tendência de produzir aços com baixo teor de carbono, mas alta resistência e tenacidade tem resultado no desenvolvimento de aços com microestrutura tipo bainítica bastante diferente da clássica de duas fases, que é a bainita composta por ferrita não lamelar e carbeto, formada em aços de médio teor de carbono. Estas estruturas são formadas por resfriamento contínuo em ligas de baixo teor de carbono, frequentemente contendo manganês e molibdênio e são misturas de ferrita e austenita, com parte da austenita algumas vezes transformada em martensita [33].

A figura 2.3, mostra a curva de transformação por resfriamento contínuo (CCT) prevista para o aço 2,25Cr-1Mo [17]. Por ela, baseado em um resfriamento ao ar de uma chapa com espessura de aproximadamente 138 mm, espera-se uma estrutura com cerca de 80 a 90% de bainita e 10 a 20% de ferrita.

# DIAGRAMA CCT: transformação por resfriamento contínuo

2 $\frac{1}{4}$  Cr Mo

Austenitizado à 900°C

Tratamento prévio: laminação e alívio de tensões a 650°C por 1 hora

Análise % em peso

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Al	Nb	V
0.14	0.23	0.46	0.010	0.010	2.28	1.05	0.21	—	—	—

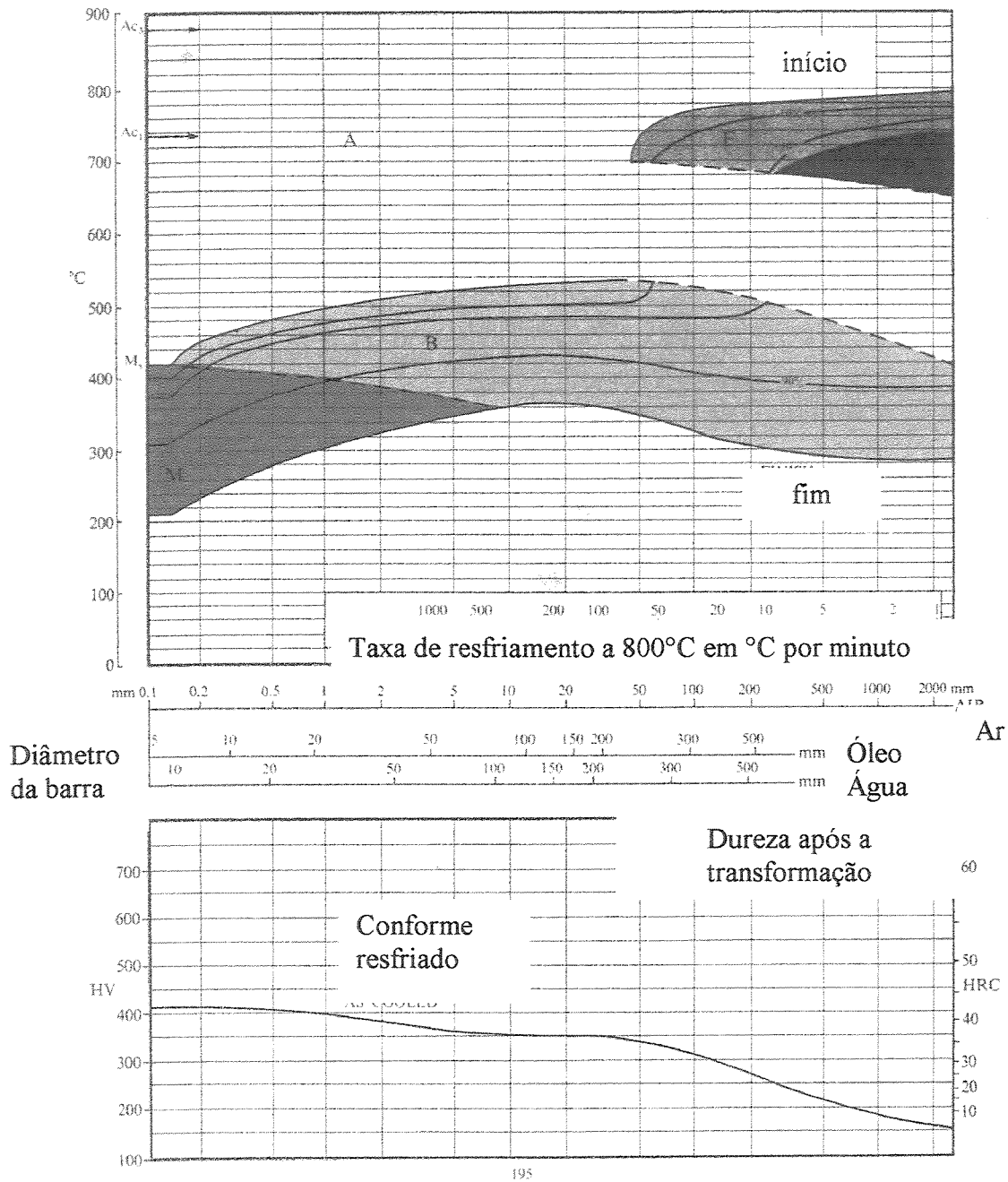


Fig.2.3: Curva de transformação de resfriamento contínuo (CCT) prevista para as várias espessuras do aço 2,25Cr-1Mo, resfriado em diferentes meios (óleo, água e ar) [17].

Os vasos de pressão feitos com aço 2,25Cr-1Mo, empregados em hidrocessamentos possuem, comumente, espessuras acima de 200 mm. Para tal condição (parede grossa), é importante que haja, em termos microestruturais, um comprometimento entre a resistência mecânica e a capacidade do material de formar carbeto estáveis e competitivos (ou seja, condições próximas de estabilidade termodinâmica) durante o tempo de serviço do equipamento. A transformação de um carbeto em outro é lenta, o que confere ao material estabilidade a altas temperaturas. Além disto, tal formação de carbeto também aumenta a resistência do aço contra o ataque pelo hidrogênio. A microestrutura resultante é responsável não só por conferir grande parte das propriedades mecânicas, como também é um dos aspectos que determinam a susceptibilidade à fragilização pelo revenido. Isto se deve, em parte, à distribuição diferenciada dos elementos de liga entre a matriz e os carbeto [32].

Ao se optar por um tratamento térmico de um material, a temperatura de austenitização, associada ao resfriamento, indicará a microestrutura final. Notoriamente, uma microestrutura com grãos austeníticos menores (vide itens 2.2 e 2.3) está menos susceptível à fragilização pelo revenido. Isto porque a área de contorno de grão por unidade de volume é maior, favorecendo, assim, uma maior distribuição das impurezas no material, ou seja, o efeito de segregação em contornos de grão é menor. Além disto, outra vantagem decorrente de tamanhos menores do grão austenítico, são as freqüentes modificações de orientação dada pelo contorno de grão, requerendo mais energia para a propagação de uma trinca. Por outro lado, no caso da estrutura bainítica, o acréscimo na susceptibilidade à fragilização pelo revenido causado pelo aumento na temperatura de austenitização é pequeno, podendo ser compensado pela redução dos elementos: Mn, Si ou P [32].

As causas da fragilização pelo revenido têm sido difíceis de serem identificadas porque não há uma característica microestrutural prontamente analisável que se possa identificar com a fratura intergranular característica dos corpos de prova fragilizados. A única evidência metalográfica da fragilização tem sido a habilidade de certos reagentes de revelar os contornos de grão de austenita prévia contendo fósforo segregado. Técnicas de análise de superfície disponíveis atualmente, entretanto, tais como a técnica de Auger (AES – “Auger electron spectroscopy” ou “Auger analysis”), que é capaz de analisar a composição de camadas atômicas

adjacentes à superfície de fratura intergranular têm contribuído muito para o entendimento da fragilização pelo revenido. AES mostra não somente altas concentrações de átomos de impurezas segregados para a superfície fraturada, mas também gradientes de elementos de liga tais como o níquel, que podem de fato estimular a segregação de elementos de impureza para os contornos de grão de austenita prévia [50].

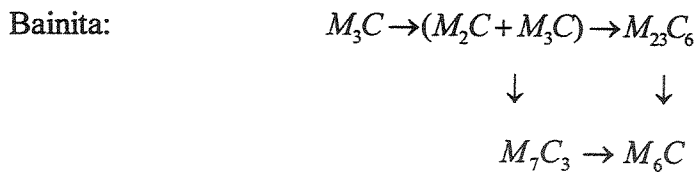
Segundo Badeshia e outros [19], o aço 2,25Cr-1Mo usualmente tem uma microestrutura bainítica superior mas pode conter quantidades substanciais de ferrita, especialmente em componentes grandes que tenham sido resfriados lentamente a partir da temperatura de austenitização. Os carbeto  $M_2C$  persistem por mais tempo na ferrita do que na bainita ou na martensita, presumivelmente porque a alta densidade de defeitos associados às duas últimas microestruturas aumenta as taxas de difusão [19].

## **2.5 Formação de Carbeto no Aço 2,25Cr-1Mo**

Estudos das reações de carbeto durante o revenimento de aços Cr-Mo são citados há bom tempo na literatura, e evidências diretas das transformações “in-situ” não podiam ser obtidas, desde que as observações de estudos prévios foram feitas por meio de alguns métodos indiretos tais como a difração de raio X e microscopia eletrônica por extração de réplica [27]. Inoue e outros [27] apresentaram nos primórdios da década de 80 observações no microscópio eletrônico de transmissão e obtiveram a evidência para a transformação “in situ” de carbeto nestes aços. Na época a sequência  $M_3C \rightarrow M_7C_3 \rightarrow M_{23}C_6 \rightarrow M_6C$  já era conhecida [27].

Sabe-se que existem cinco diferentes espécies de carbeto no sistema do aço 2,25Cr-1Mo depois de vários tempos de revenimento:  $M_3C$ ,  $M_2C$ ,  $M_7C_3$ ,  $M_{23}C_6$  e  $M_6C$ . Eles não são carbeto binários puros, com uma estequiometria precisa, desde que vários elementos, particularmente o Cr, o Fe, o Mo, o Mn e o Si são solúveis no carbeto. A real solubilidade depende do tipo de carbeto. Consequentemente, M representa a mistura destes elementos e a fórmula dada para cada espécie de carbeto está mais associada a uma estrutura cristalina genérica do que a uma composição específica [40].

O desenvolvimento de carbeto durante o revenimento do aço 2,25Cr-1Mo foi estudado pormenorizadamente por períodos de até 1000 horas na faixa de temperatura de 400°C a 750°C ainda em fins da década de 50. Peddle e outros [40], em trabalho publicado recentemente, mencionam que os carbeto formados na bainita seguem uma seqüência de precipitação que se difere da seqüência seguida pelos carbeto formados na ferrita. Segundo mencionado por eles em seu trabalho [40] e conforme estudos anteriores, as seqüências seguidas respectivamente para a bainita e a ferrita são as seguintes:



É sugerido que a martensita segue o padrão de precipitação similar ao da bainita, embora a uma taxa de envelhecimento mais alta. Vários autores têm confirmado estas observações. Várias espécies de carbeto de transição são formadas antes das espécies de carbeto de equilíbrio e cada espécie de carbeto pode coexistir por um considerável período de tempo, portanto mais de uma seqüência de transformação pode ocorrer simultaneamente [40].

Com as temperaturas aumentando para pouco acima de 600°C, a taxa de transformação para carbeto do tipo  $M_{23}C_6$  e  $M_6C$  é acelerada, desde que o desenvolvimento de carbeto é fortemente dependente das taxas de difusão de Mo e Cr, que são baixas a temperaturas mais baixas [40].

O  $M_3C$  é a primeira espécie de carbeto a se formar na bainita no aço 2,25Cr-1Mo. É rico em Fe e tem uma alta solubilidade do Cr. O Mn e o Mo também são solúveis, embora em menor extensão.

O  $M_2C$  é baseado na estrutura hexagonal compacta do  $Mo_2C$ . É um carbeto rico em Mo, no qual ambos Cr e Fe são solúveis, o Cr entre 5 e 20% em massa e o Fe em até 12% em massa.  $M_2C$  causa endurecimento secundário e é largamente responsável pela resistência do aço à fluência, embora tempos de revenimento extensos possam causar aumento de tamanho e perda de coerência com a matriz, levando à diminuição da dureza e abaixamento do limite de fluência.

O  $M_7C_3$  é um carbeto rico em Cr, no qual Mo, Fe e Mn são solúveis. O teor de Cr pode variar de 40 a 60% em massa, o Mo entre 4 e 13% em massa, o Fe entre 30 e 50% em massa e o Mn até 12% em massa. Ele tem uma pseudo estrutura hexagonal.

O  $M_{23}C_6$  tem uma estrutura cristalina cúbica de face centrada complexa similar a do  $Cr_{23}C_6$ . Esta espécie de carbeto dissolve de 22 a 40 % em massa de Cr, 5 a 21 % em massa de Mo, 29 a 63% em massa de Fe, até 12% em massa de Mn e uma menor quantidade de Si.

O  $M_6C$  é tomado como o carbeto de equilíbrio para o sistema 2,25Cr-1Mo. É um carbeto rico em Mo no qual Fe, Cr, Mn e Si podem se dissolver. A faixa de teor de Mo dissolvido vai de 30 a 60% em massa, o Fe entre 28 e 40% em massa e o Cr entre 5 e 20% em massa. Tem uma estrutura cúbica de face centrada [40].

Durante o ciclo térmico da soldagem, as temperaturas são extremamente altas na ZAC e isto pode fazer com que a distribuição de carbetos seja significativamente diferente da original do metal de base não afetado. Os carbetos iniciais podem aumentar de tamanho, se transformar em espécies subseqüentes “in situ” ou se dissolver completamente e serem substituídos pela dispersão de novos carbetos. A maneira na qual os carbetos são afetados depende de fatores tais como o pico de temperatura, o tempo de permanência na temperatura de patamar, e a taxa de resfriamento. Rigoroso crescimento e coalescimento de carbetos do tipo  $M_7C_3$ ,  $M_{23}C_6$  e  $M_6C$  nos contornos de grão por longo tempo de exposição em serviço, mostraram reduzir significativamente a tenacidade da ZAC em relação ao metal de base. A menor tenacidade à fratura da ZAC foi atribuída a grãos finos associados à presença de carbetos de grãos mais grosseiros nos seus contornos. O grão fino atua no sentido de aumentar a área dos contornos de grãos em contato com os carbetos, o que aumenta a susceptibilidade à fratura frágil. Não está

claro se os carbeto se fraturam ou se eles se separam da matriz durante a propagação da trinca [40].

Mudanças na dureza estão relacionadas ao desenvolvimento de carbeto  $M_2C$ . É sabido que  $M_2C$  causa intenso endurecimento secundário. O amolecimento é inibido à medida que os carbeto de  $M_2C$  são coerentes com a matriz e crescem lentamente. Entretanto, à medida que eles crescem ou se transformam, carbeto subsequentes de liga mais alta se formam primariamente nos contornos de grão, e a dureza diminui. Este efeito é mais pronunciado na bainita do que na ferrita, à medida que a transformação do  $M_2C$  é acompanhada de recuperação e recristalização. Também temperaturas de revenimento mais altas aumentam o grau de amolecimento, desde que o crescimento de carbeto do tipo  $M_2C$  é acelerado [40].

## **2.6 Tratamento Térmico de “Step Cooling” para Simulação da Fragilização pelo Revenido dos Aços 2,25Cr-1Mo**

Para avaliar a susceptibilidade à fragilização pelo revenido, para qualquer aço em particular, dois tipos de tratamentos térmicos são muito utilizados: o “envelhecimento” isotérmico e o tratamento térmico de resfriamento em patamares (“Step Cool Heat Treatment” ou “Step Cooling”). O tratamento isotérmico é frequentemente feito na faixa de 900°F ou 482°C porque o grau de fragilização é alto nesta temperatura. Desenvolvido nos anos 70 pela General Electric Company, o tratamento térmico de “Step Cooling” teve o objetivo de acelerar o fenômeno da fragilização pelo revenido. Consiste em conjunto de patamares de temperaturas alternados com taxas de resfriamentos, onde cada par patamar de temperatura / taxa de resfriamento faz com que haja a produção de um carbeto possível no aço 2,25Cr-1Mo. Desenvolvido inicialmente para os estudos de fragilização pelo revenido de aço de rotores de turbinas Ni-Cr-Mo, o “Step Cooling” da General Electric foi modificado aumentando-se o tempo de exposição a baixas temperaturas, para permitir que mais fragilização ocorresse. Este “Step Cooling” modificado se tornou padrão para estudos de fragilização pelo revenido no aço 2,25Cr-1Mo [25]. A figura 2.4 mostra esquematicamente o tratamento de “Step Cooling” [25]. Buscemi e outros [23] fizeram estudos de simulação de fragilização pelo revenido com o aço 2,25Cr-1Mo por meio de fragilização isotérmica durante 75.000 horas na faixa de temperatura de 427°C a 482°C. Por meio

de resultados consistentes com outros resultados mostraram que a fragilização ocorre de maneira mais rápida a 482°C, mas é eventualmente mais severa a 427°C e a 454°C. Este comportamento é atribuído à segregação de contorno de grão ser menos severa em temperaturas mais altas (acima de 538°C) devido à solubilidade de elementos de impurezas aumentar e ser menos severa em temperaturas mais baixas (abaixo de 371°C) devido à cinética de difusão mais lenta [23].

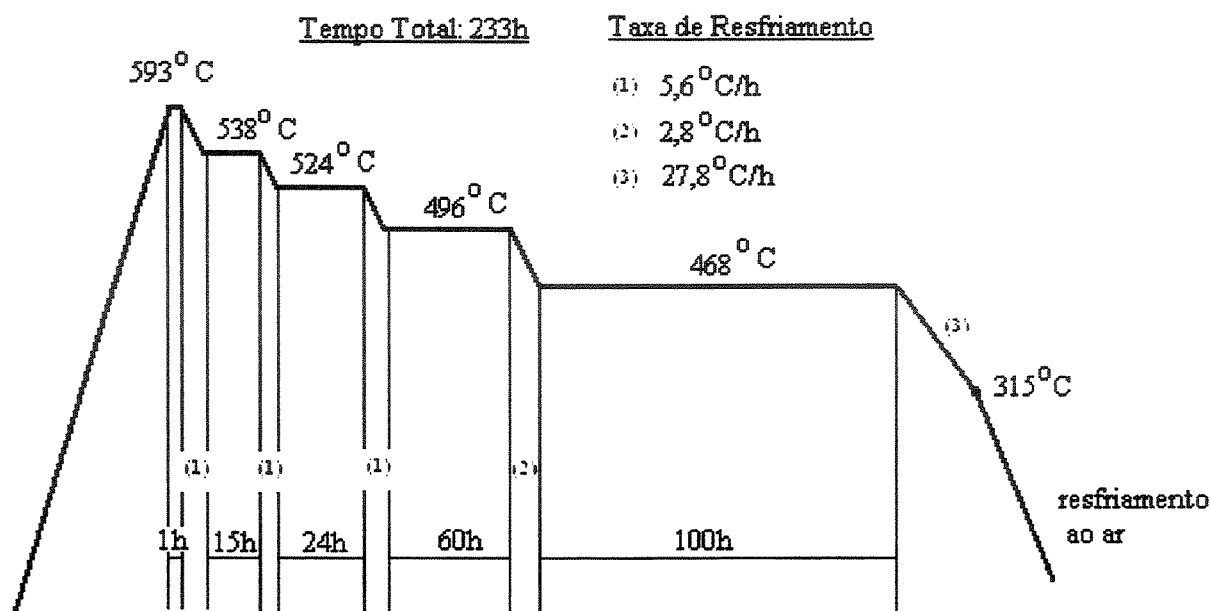


Fig.2.4: Curva do tratamento de “Step Cooling” [7, 25, 32, 39].

A figura 2.5 faz uma comparação da suscetibilidade à fragilização pelo revenido de alguns aços Cr-Mo empregados na fabricação de vasos de pressão, mostrando o aumento na temperatura de transição dos aços após serem submetidos ao tratamento de “Step Cooling” quando comparados com a condição anterior ao tratamento [32, 39].

Segundo Wignarajah e outros [52], foi sugerido que a segregação do fósforo é um fenômeno relativamente de curto prazo que poderia ser adequadamente simulado pelo “Step Cooling”. Por outro lado, o comportamento de crescimento de carbeto, que se tornaria a mais dominante causa da fragilização pelo revenido quando considerados períodos de operação de 10 ou 20 anos, não seria bem simulado pelo processo de “Step Cooling”, mas sim por tratamentos

isotérmicos de milhares de horas (acima de 10.000 horas). Ou seja, o “Step Cooling” sozinho, não seria um método viável para simular a fragilização por longo tempo em serviço [52].

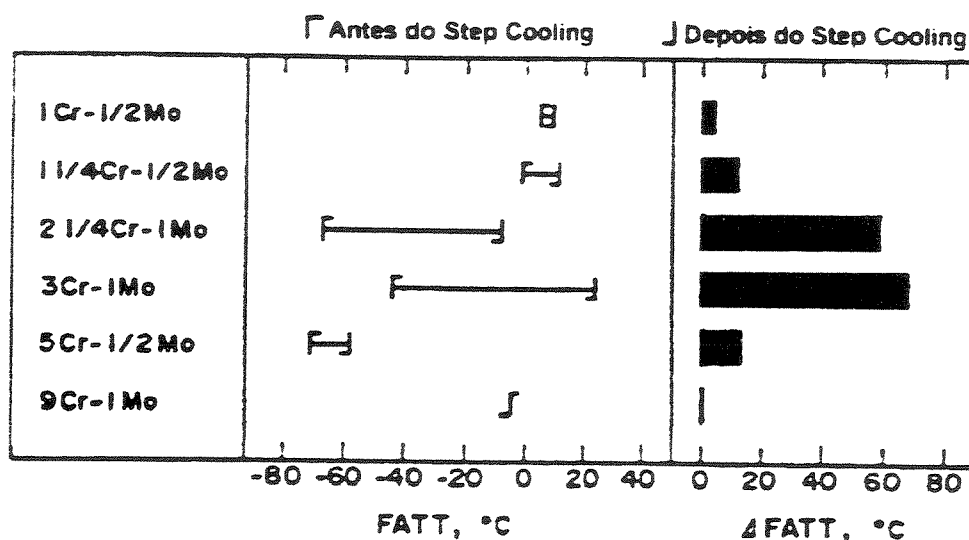


Fig.2.5: Comparação da suscetibilidade à fragilização pelo revenido para aços Cr-Mo usados em vasos de pressão [32, 36, 39].

Neste mesmo estudo, Wignarajah e outros [52] verificaram que, embora a segregação de contorno de grão causada pelo fósforo e outras impurezas não tivesse sido detectada através do método de energia dispersiva de raio X (EDX), ocorreu uma redução considerável na tenacidade do material, que segundo eles, seriam devido às alterações microestruturais associadas com a precipitação e o crescimento de carbeto. Assim estes dois efeitos poderiam ocorrer independentemente um do outro, como também se sobrepor [32, 52]. As implicações do uso de EDX e não de AES no trabalho de Wignarajah e outros [52] serão comentadas no capítulo 4. Conclusões de que o “Step Cooling” poderia ser correlacionado com a fragilização isotérmica, mas não à fragilização do aço por longo tempo de serviço também foram mostradas pelo estudo de caracterização deste aço, publicado pelo API [1]. Este estudo mostrou que o “Step Cooling” parece se correlacionar bem com uma fragilização isotérmica de 250 horas a 468°C. Os dados sugeriram que o aumento na temperatura de transição ocorrida pela fragilização por 30 anos de serviço seria igual a 3 vezes o aumento na temperatura de transição acarretada pelo “Step Cooling” [1]. De maneira diferente da metodologia utilizada por Wignarajah e outros [52], o estudo do API [1] se fez valer da técnica de Auger (AES) e desta maneira conseguiu detectar na

análise de contorno de grão de amostras fragilizadas concentrações de elementos fragilizantes como o fósforo e em menor escala o estanho [1].

No entanto, tanto Paulo [39], quanto Kessler [32] obtiveram resultados importantes com relação à validade do “Step Cooling”, quando associado à utilização de tensão, conforme será explicado no item 2.7.

Wignarajah e outros [52], em seus estudos, comprovaram que o tratamento de simulação de 5240 horas a 625°C, que pretendeu simular as mudanças microestruturais associadas com a precipitação de carbeto, associado ao “Step Cooling”, para promover a segregação de fósforo nos contornos, aplicado ao aço no estado “virgem”, produziu um nível de fragilização idêntico àquele causado pela simulação de exposição em serviço. Esta simulação de 5240 horas (aproximadamente 7 meses) a 625°C é baseada no parâmetro de Larson-Miller:  $T(\log t + 8)$ , onde  $T$  é a temperatura de envelhecimento,  $t$  é o tempo de envelhecimento, e 8, usado neste caso, refere-se a uma constante  $C$ , dependente da composição química, da microestrutura inicial e do tamanho de grão do material em questão [32, 52].

## **2.7 Uso da Tensão Associada ao Processo de “Step Cooling”**

Segundo Kessler [32], a tensão aplicada na condição de serviço ou de simulação de fragilização, causa um aumento dos carbeto, através de um efeito de deformação. Em seu trabalho [32], concluiu que o “Step Cooling” convencional não dispõe de tempo suficiente para coalescer carbeto. No entanto, à medida que se associava tensão a este tratamento, principalmente tensões mais altas (138,6 MPa), a incidência de carbeto na forma de bastonetes crescia. A matriz manifestava uma precipitação intensa [32].

O material sob tensão também apresenta uma redução substancial da energia absorvida no ensaio de impacto [29-32, 39, 46]. Teixeira e outros [46], estudaram os efeitos da tensão nos resultados do “Step Cooling” em metal de solda (MS) de aço 2,25Cr-1Mo. Dos resultados deste estudo concluíram que o ciclo de “Step Cooling” convencional parece não simular as condições de fragilização que ocorrem na prática, embora tivesse sido verificada uma redução na energia

absorvida no ensaio de impacto em relação aos valores obtidos após o alívio de tensão a 680°C, durante duas horas. Já a aplicação de tensão associada ao “Step Cooling” promoveu uma redução adicional substancial na energia absorvida no ensaio de impacto, com mudança no mecanismo de fratura de transgranular para intergranular (que não ocorreu no caso do tratamento de “Step Cooling” convencional), característica do processo de fragilização pelo revenido. A aplicação de tensão associada ao “Step Cooling” revelou que o mesmo consumível de soldagem, que aparentemente estaria aprovado para uso em vasos de pressão, poderia não ser recomendado para a mesma aplicação, se o critério adotado fosse o “Step Cooling” com tensão. Os ensaios foram realizados nas temperaturas de 0°C e -30°C. Foram utilizados dois níveis de tensão, 34,5 MPa (5ksi) e 69 MPa (10 ksi) [46]. Segundo Teixeira e outros [46], esta técnica de simulação deverá ser estudada com mais atenção antes de sua adoção como critério de seleção e qualificação de consumíveis. Em outro trabalho, Paulo [39] objetivou estudar o efeito dos seguintes tratamentos térmicos de simulação da fragilização pelo revenido no aço 2,25Cr-1Mo: fragilização isotérmica a 468°C e a 500°C, com e sem aplicação de tensão, “Step Cooling” com e sem aplicação de tensão [39]. Considerando que o aço 2,25Cr-1Mo vem sendo utilizado com sucesso há várias décadas, seu trabalho objetivava fazer uma comparação entre diferentes tratamentos, contribuindo para o desenvolvimento de técnicas de simulação de fragilização mais confiáveis, principalmente no que diz respeito a aços com teores de impurezas baixos. Como no caso do tratamento térmico de “Step Cooling”, o tratamento de degradação isotérmica convencional poderia ter sua eficiência prejudicada pela ausência de tensão. Paulo [39] concluiu que os corpos de prova submetidos aos tratamentos térmicos com aplicação de tensão de 138,6 MPa, que apresentaram valores de dureza baixos, estavam entre os que apresentaram um nível de precipitação e coalescimento de carbeto mais acentuado, que a tensão deve ter induzido a precipitação e que esta provocou a redução dos valores de dureza [39].

## **2.8 Metalurgia e Tenacidade da Junta Soldada do Aço 2,25Cr-1Mo**

Processos de soldagem por fusão são processos nos quais a união de dois metais, chamados de metais de base (MB), é acompanhada da fusão de ambos. Os dois processos de soldagem por fusão utilizados neste trabalho são classificados como soldagem a arco, por utilizarem o arco elétrico para a obtenção da fusão tanto de MB quanto de MS (metal de solda), sendo eles:

- 1- Soldagem a arco por eletrodo revestido – SMAW (“shielded metal arc weld”)
- 2- Soldagem por arco submerso – SAW (“submerged arc weld”)

Segundo Buscemi e outros [23], soldas feitas pelos processos SAW e SMAW são mais susceptíveis à fragilização pelo revenido do que chapas e forjados. A natureza da fonte de calor é um importante fator que governa o aporte de calor (“heat input”) durante a soldagem. A eficiência e a distribuição da densidade de energia da fonte de calor (para se obter o aporte de calor é necessário multiplicar a energia de soldagem por um fator de eficiência) podem afetar diretamente o aporte de calor durante a soldagem em geral. O processo de soldagem por arco submerso, por ser um processo semi-automático, fornece um melhor controle da energia de soldagem do que o processo de soldagem por eletrodo revestido, o que influencia diretamente na formação da zona afetada pelo calor (ZAC).

Em uma junta soldada aparecem diferentes zonas e regiões associadas a diferentes ciclos térmicos e que possuem diferentes microestruturas. O tipo e quantidade relativa dos microconstituintes de uma região em particular determinam suas propriedades mecânicas. As propriedades mecânicas de uma junta soldada, como um todo, são determinadas pela sua região mais fraca. Diversos fatores afetam as propriedades mecânicas do metal de solda de uma maneira geral. Existem fatores que estão relacionados aos consumíveis de soldagem, tais como a composição química do arame e do fluxo, portanto estando sob o controle do fabricante dos consumíveis. Outros fatores dependem do processo de soldagem e podem ser controlados pelo soldador, como o ciclo térmico de soldagem, por exemplo, que é influenciado pelos parâmetros de soldagem, temperatura de pré-aquecimento, e outros. Finalmente, existem os fatores inerentes ao projeto, tais como, espessura e tipo dos materiais, posição de soldagem, e outros. Conhecer o inter-relacionamento dos fatores de influência e os mecanismos que controlam a tenacidade do metal de solda é fundamental, tanto para aqueles que selecionam materiais e especificam procedimentos de soldagem, quanto para os que fabricam consumíveis de soldagem [41].

Entre as principais causas e mecanismos da queda da tenacidade de metais de solda, aponta-se a ocorrência de uma microestrutura inadequada e os processos de fragilização, que podem ocorrer durante o seu ciclo normal de soldagem, durante um tratamento térmico, e no caso

de aços usados no trabalho em altas temperaturas também podem ocorrer durante serviço, devido a longo tempo de exposição a estas temperaturas, conforme mencionado no item 2.3. Em aços C-Mn ou microligados, os mecanismos mais importantes de fragilização seriam devido a um endurecimento por precipitação ou ao envelhecimento (“strain-aging”) [41]. Já nos aços liga surgem outros fenômenos, entre os quais citamos a fragilização pelo revenido, a fragilização da martensita revenida, a fragilização pelo hidrogênio, a fragilização pela fase sigma, a sensitização, e outros. Como citado anteriormente, no caso deste trabalho serão avaliados apenas os efeitos da fragilização pelo revenido em juntas soldadas de aços 2,25Cr-1Mo.

Um dos fatores que podem influenciar significativamente na tenacidade de metais de solda é a restrição mecânica imposta à junta durante a soldagem. Há uma tendência na literatura em se aceitar que quanto maior o grau de restrição imposto à junta, melhor é a tenacidade à fratura. Quanto menor a restrição, maior será a deformação angular da junta e consequentemente da raiz da solda. Os métodos mais efetivos de se controlar a tenacidade da raiz de uma solda são por meio da goivagem daquela região e do tratamento térmico de alívio de tensões. Baixas energias de soldagem são benéficas, pois diminuem a severidade do ciclo termo-mecânico imposto à raiz [41]. O tratamento térmico mais utilizado após a soldagem é o tratamento térmico de alívio de tensões (TTAT) e tem como objetivo o alívio de tensões residuais na junta soldada. Ela é requerida em soldas de grande espessura, quando há o risco de fratura frágil devido à baixa tenacidade da junta soldada. O abaixamento do nível de tensões residuais melhora as condições gerais da junta, pois permite, para uma determinada solicitação, a presença de defeitos maiores [41].

A heterogeneidade microestrutural da ZAC é resultante da complexa história térmica a que esta região está sujeita durante a soldagem. A ZAC do aço 2,25Cr-1Mo é compreendida de pelo menos três diferentes subzonas assim nomeadas [47]:

- 1- Bainítica de grãos grosseiros (BGG)
- 2- Bainítica de grãos finos (BGF)
- 3- Região intercrítica (RIC)

Estudos de Tsay e outros [47], indicaram que a morfologia e a distribuição padrão de precipitados na ZAC do aço 2,25Cr-1Mo foi similar entre as regiões BGG e BGF. Por outro lado, a RIC consistiu de uma população consideravelmente maior de precipitados  $M_{23}C_6$  do que nas regiões BGG e BGF.

Tsay e outros [47] concluíram que mudanças microestruturais apenas não deveriam ter uma grande influência na melhoria da resistência ao crescimento da trinca por fadiga (CTF) do aço 2,25Cr-1Mo na região da solda sem TTAT para baixas faixas de  $\Delta K$ . A redução sensível na resistência ao crescimento da trinca por fadiga (CTF) para soldas revenidas quando comparadas com as soldas sem revenimento, seria atribuída ao alívio das tensões residuais da solda após o TTAT [47].

O tratamento térmico de alívio de tensões (TTAT) deve ser realizado em soldas feitas em aço 2,25Cr-1Mo antes do retorno deste às condições de serviço. O TTAT é um tratamento subcrítico, no qual os componentes são aquecidos um pouco abaixo da temperatura  $A_{c1}$  do material e mantido nesta temperatura. O propósito primário deste procedimento é melhorar a tenacidade da ZAC e do metal de solda, por meio do revenimento da martensita e do relaxamento das tensões residuais, conforme mencionado por Peddle e outros [40].

Vários procedimentos de soldagem multi-passe pelo processo SMAW tem sido desenvolvido em um esforço de se eliminar o TTAT. Cada um destes procedimentos se preocupa com o controle das posições das isothermas geradas pela deposição dos cordões de solda na ZAC do metal de base, através do controle rigoroso dos parâmetros de soldagem. Extensivo refinamento de grão e revenimento durante o processo de soldagem pode levar a zona de grãos grosseiros da ZAC (GGZAC) a uma relativa homogeneidade, grãos finos e tenacidade melhorada. Conseqüentemente, um procedimento apropriado de soldagem multipasse pode melhorar a tenacidade da junta após soldada evitando-se o TTAT [40]. Nawrocki e outros [38], em seu trabalho de simulação de ZAC multipasse, verificaram que a ductilidade aumenta com o aumento da temperatura de tratamento térmico de alívio de tensões. Segundo os mesmos [38], estas características indicaram que as suas simulações multipasses eliminaram o trincamento por alívio de tensões. Cada amostra de soldagem multipasse falhava primariamente ao longo dos

contornos de grão que eram localizados aproximadamente normais ao eixo de aplicação de tensão. O segundo passe de solda, tendo um pico de temperatura de 925°C, resultava em um decréscimo do tamanho de grão da austenita prévia. Os carbeto que se formavam durante o resfriamento do primeiro ou do segundo passe cresciam durante os passes subsequentes ou no TTAT. Estes carbeto atuavam como nucleadores de sítios de microcavidades. A eliminação do trincamento por alívio de tensões pelas simulações multipasses foi atribuída à formação de uma microestrutura da ZAC uniformemente amolecida, que não continha gradientes de resistência associados com um interior de grão duro e zonas livres de precipitação de carbeto nos contornos, mais moles [38].

Com relação à formação de carbeto, o revenimento causa aumento na precipitação de  $M_2C$ ,  $M_6C$ ,  $M_7C_3$  e  $M_{23}C_6$ , enquanto a frequência de  $M_3C$  é reduzida. O TTAT superenvelhece a ZAC e carbeto maiores e globulares (identificados como  $M_7C_3$ ,  $M_{23}C_6$  e  $M_6C$ ) se desenvolvem primariamente nos contornos de grão. Carbeto formados na ZAC de cordões de solda revenidos envelhecem mais rapidamente do que os carbeto na ZAC de cordões com oscilação convencional, como um resultado da microestrutura martensítica inicial da ZAC dos cordões de solda revenidos [40].

Conforme mencionado antes, numerosos fatores influenciam na tenacidade à fratura do aço 2,25Cr-1Mo, entre eles a microestrutura, o limite de resistência, a taxa de resfriamento a partir da temperatura de austenitização, o tamanho de grão de austenita prévia, e práticas de fusão que afetem o nível de impureza. Métodos de fabricação de aços com teor de impurezas mais baixo, tais como técnicas de degaseificação à vácuo e dessulfuração especial podem conduzir a melhorias substanciais na tenacidade. À 0°F (-17,7°C), o metal de solda geralmente apresenta menor tenacidade à fratura do que a zona afetada pelo calor em cerca de  $22 \text{ MPa}\sqrt{m}$  ( $20 \text{ ksi}\sqrt{in}$ ). A zona afetada pelo calor apresenta menor tenacidade à fratura do que o metal de base em média cerca de  $22 \text{ MPa}\sqrt{m}$  ( $20 \text{ ksi}\sqrt{in}$ ), a depender se utilizar baixo aporte de calor ( $11 \text{ MPa}\sqrt{m}$  ou  $10 \text{ ksi}\sqrt{in}$ ) ou alto aporte de calor ( $33 \text{ MPa}\sqrt{m}$  ou  $30 \text{ ksi}\sqrt{in}$ ). Valores de tenacidade à fratura disponíveis em literatura para este aço na temperatura de 0°F (-17,7°C) foram apresentados por Erwin e Kerr [25] como sendo da ordem de  $132 \text{ MPa}\sqrt{m}$  ( $120 \text{ ksi}\sqrt{in}$ )

no metal de base, de  $99 \text{ MPa}\sqrt{m}$  a  $121 \text{ MPa}\sqrt{m}$  ( $90$  a  $110 \text{ ksi}\sqrt{in}$ ) na zona afetada pelo calor e de  $77 \text{ MPa}\sqrt{m}$  a  $99 \text{ MPa}\sqrt{m}$  ( $70$  a  $90 \text{ ksi}\sqrt{in}$ ) no metal de solda.

## 2.9 Ensaio de Impacto – Resultados de Trabalhos Anteriores

A padronização do ensaio de impacto em corpos de prova entalhados é apresentada em detalhes na norma ASTM E 23 [13]. Paulo [39] realizou ensaios Charpy em amostras de 2,25Cr-1Mo sujeitas ou não a diferentes tipos de tratamentos de fragilização, entre eles o “Step Cooling” com e sem tensão e a fragilização isotérmica. A temperatura básica dos ensaios utilizada por ele foi de  $-30^{\circ}\text{C}$ . A temperatura de  $-30^{\circ}\text{C}$  é a temperatura estabelecida na especificação técnica da Petrobras para a fabricação dos reatores de hidrocessamento citados no capítulo 1, cujo material foi utilizado tanto neste trabalho quanto no de Paulo [39]. Examinando-se curvas de transição elaboradas a partir dos dados das chapas e das juntas soldadas fornecidas pelo fabricante, pode-se observar que esta temperatura está localizada no início do patamar superior, junto à região de transição. O objetivo do trabalho de Paulo [39] foi avaliar o efeito de tratamentos térmicos de simulação de fragilização pelo revenido, além de comparação dos vários tratamentos térmicos sobre o metal de base e o metal de solda no referido aço. Com relação aos resultados dos ensaios Charpy, Paulo [39] verificou que os tratamentos térmicos de “Step Cooling” com tensão a  $-30^{\circ}\text{C}$  não produziram nenhum efeito aparente em termos de diminuição da energia absorvida. Os valores encontrados no metal de solda foram mais baixos que os encontrados no metal de base, mas ficaram na mesma faixa de valores de energia absorvida nessa temperatura, apresentada na condição do material como recebido [39]. Baseado em estudos anteriores, conforme já explicado no item 2.7, pôde-se concluir que a introdução da variável tensão nos tratamentos térmicos de “Step Cooling” tenderia a aumentar a eficácia deste tratamento, o que poderia provocar maior fragilização e assim poderia levar a um deslocamento da curva de transição para valores de temperatura mais altos. Este fato poderia deslocar a temperatura de  $-30^{\circ}\text{C}$  para a região de transição, o que provocaria uma redução da energia necessária para ocorrer a fratura nessa temperatura. Os resultados dos estudos de Paulo [39] nas diferentes condições de tratamento não confirmaram essas expectativas. Todos os valores médios ficaram acima de 200J, mostrando que nessa temperatura não ocorreu fragilização.

Ensaio Charpy também foram realizados nas temperaturas de  $-45^{\circ}\text{C}$  e  $-70^{\circ}\text{C}$  para amostras com tratamento térmico de “Step Cooling” sem tensão e à  $-70^{\circ}\text{C}$  para amostras com tratamento térmico de “Step Cooling” com tensão. O objetivo foi avaliar a extensão do patamar superior de tenacidade em amostras com “Step Cooling”. Quanto aos resultados obtidos na temperatura de  $-70^{\circ}\text{C}$ , não se pôde fazer muitas considerações, pelo pequeno número de ensaios, mas foi possível observar a não ocorrência do mecanismo de fratura intergranular. O mecanismo típico de fratura apresentado foi clivagem, à exceção do metal de solda, que apresentou micro mecanismo de fratura por coalescimento de microcavidades [39].

A norma ASTM A 387/ A 387M-99 [7] estabelece limites para a temperatura de transição do aço. Ela define como 55 Joules a energia do teste de impacto equivalente à temperatura de transição. A limitação é função da temperatura de transição do material sem “Step Cooling” e da diferença entre a temperatura de transição do material com e sem “Step Cooling”, de tal maneira que os requisitos da equação (2.4) devem ser respeitados.

$$v\text{Tr}55 + 2,5\Delta v\text{Tr}55 \leq 10^{\circ}\text{C} \quad (2.4)$$

onde:  $v\text{Tr}55$  = Temperatura de transição (55 J) do material sujeito ao mínimo TTAT especificado pelo comprador

e:  $\Delta v\text{Tr}55$  = Diferença entre a temperatura de transição(55 J) do material após se submeter à “Step Cooling” e a temperatura de transição (55 J) do material sujeito ao mínimo TTAT.

Esta equação se originou de trabalhos feitos pela Chevron em fins da década de 60 [23, 25] e foi desenvolvida como expressão matemática para se evitar completamente a fragilização pelo revenido em reatores de hidroprocessamento.

## 2.10 Princípios Gerais de Mecânica da Fratura, Ensaio de Tenacidade à Fratura e Resultados Anteriores

O ensaio de impacto Charpy com entalhe em V é comumente usado para especificar a tenacidade de aços para vasos de pressão. Apesar da sua deficiência como medida de tenacidade à fratura ser bem conhecida, este ensaio tem sido apresentado por pesquisadores para fazer correlações com outros parâmetros de tenacidade à fratura, tais como a tenacidade à fratura em deformação plana,  $K_{Ic}$ , e o valor crítico da integral  $J$ ,  $J_{Ic}$ . Chapas e forjados de aço 2,25Cr-1Mo temperados e revenidos podem ser produzidos para ter alta tenacidade em temperaturas acima de 10°C, a faixa normal de utilização deste aço. Medidas válidas de  $K_{Ic}$  neste material podem ser tipicamente feitas somente em temperaturas abaixo de -18°C, sem necessitar de espessuras dos corpos de prova proibitivas. Acima desta temperatura a mecânica da fratura elasto-plástica se faz necessária para a avaliação de tenacidade à fratura [25].

A Mecânica da Fratura Elástica Linear (MFEL) trata do comportamento do material em condições onde a zona plástica na ponta da trinca é pequena quando comparada com as dimensões do corpo, ou seja, em condições de deformação plana. A falha é caracterizada por fratura frágil, com rápida propagação instável da trinca. Em muitos materiais é virtualmente impossível caracterizar o comportamento à fratura com a MFEL e um modelo de mecânica da fratura alternativo é requerido. A Mecânica da Fratura Elasto Plástica (MFEP) se aplica a materiais onde há a ocorrência de zona plástica de dimensões consideráveis na ponta da trinca [16].

A maioria das soluções clássicas em Mecânica da Fratura reduz o problema a duas dimensões, ou seja, pelo menos uma das tensões ou deformações principais é admitida como igual a zero (respectivamente tensão plana e deformação plana). Em geral as condições à frente da trinca não são totalmente nem uma coisa nem outra, mas tridimensionais. No entanto, há casos limitados, onde assumir duas dimensões é válido, ou fornece boa aproximação.

Considerando-se uma placa trincada de espessura  $B$  sujeita ao carregamento no plano, como ilustrado na figura 2.6, vamos assumir que a zona plástica seja pequena. Portanto, regiões

na placa que estão suficientemente longe da ponta da trinca devem ser carregadas em tensão plana. O material próximo à ponta da trinca é carregado a tensões mais altas do que o material ao seu redor. Por causa da grande tensão normal ao plano da trinca, o material na ponta da trinca tende a se contrair nas direções  $x$  e  $z$ , mas é impedido pelo material à sua volta. Esta restrição causa um estado de triaxialidade de tensões na ponta da trinca. Para  $r \ll B$ , as condições de deformação plana existem no interior da placa. Entretanto o material na superfície da placa está em tensão plana, porque não há tensão normal na superfície livre [16].

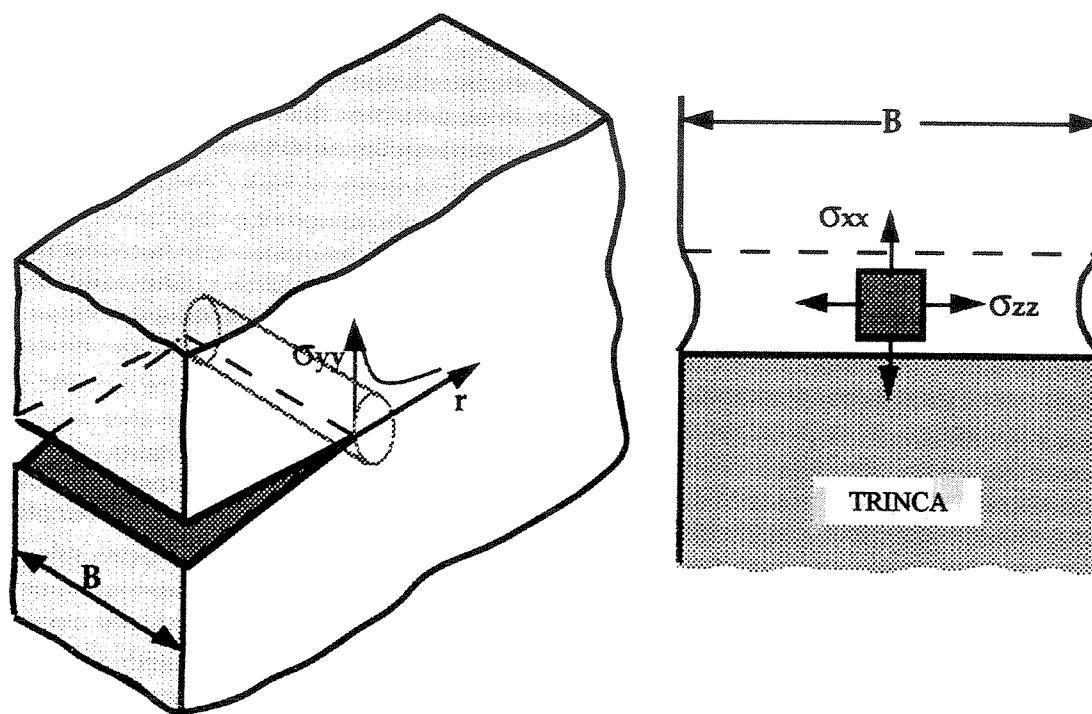


Fig. 2.6: Deformação tri-dimensional na ponta da trinca. A tensão normal na ponta da trinca causa a estricção do material próximo à superfície, mas a restrição exercida no material no interior resulta no estado triaxial de tensões [16].

Quando Wells [51] tentou medir valores de  $K_{Ic}$  em aços estruturais, ele descobriu que estes materiais eram muito tenazes para serem caracterizados pela Mecânica da Fratura Elástica Linear. Esta descoberta trouxe tanto boas como más notícias: a alta tenacidade é obviamente desejável

aos projetistas e fabricantes, mas os experimentos de Wells indicaram que a teoria da mecânica da fratura existente não era aplicável a uma importante classe de materiais. Enquanto examinava os corpos de prova rompidos, Wells notou que as faces da trinca tinham se movido separadamente antes da fratura; a deformação plástica arredondou uma trinca inicialmente aguda, como mostrado na figura 2.7.

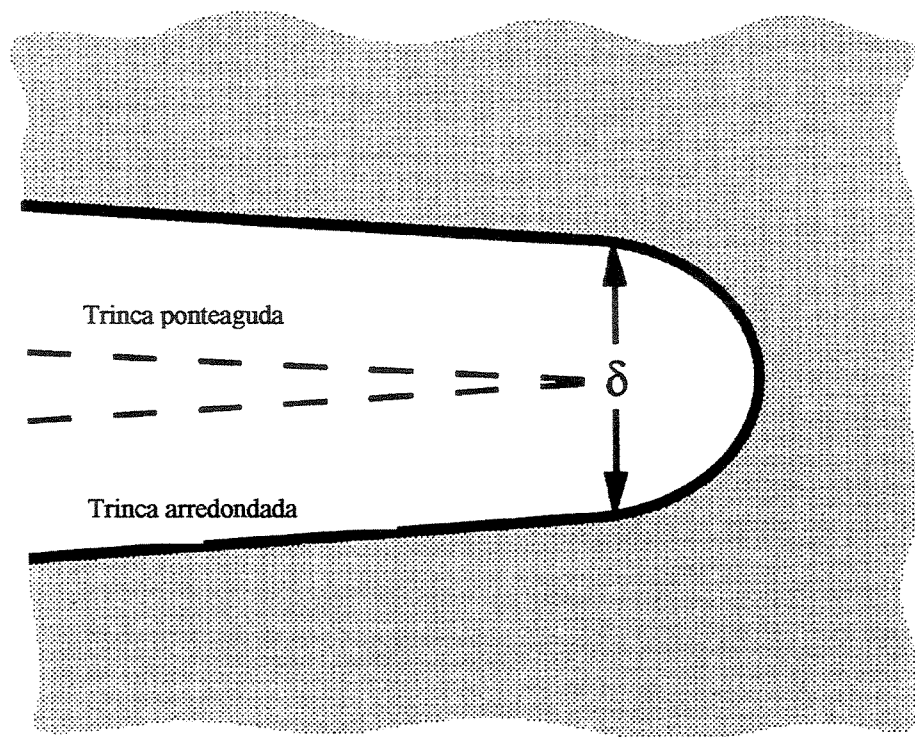


Fig 2.7: Deslocamento da ponta da trinca (CTOD – “crack tip opening displacement”). Uma trinca inicialmente aguda se arredonda com a deformação plástica, resultando em um deslocamento finito ( $\delta$ ) na ponta da trinca [16].

O grau de arredondamento na ponta da trinca aumenta em proporção com a tenacidade do material. Esta observação levou Wells a propor a abertura na ponta da trinca como uma medida da tenacidade a fratura. Hoje este parâmetro é conhecido como CTOD.

Valores críticos tanto de CTOD quanto da integral J fornecem medidas de tenacidade à fratura aproximadamente independentes do tamanho da estrutura, mesmo para uma quantidade de

plasticidade na ponta da trinca relativamente grande. Há limites para a aplicabilidade de J e de CTOD, mas estes limites são muito menos restritivos do que os requisitos válidos para a Mecânica da Fratura Elástica Linear (MFEL) [16].

Entre as normas internacionais mais utilizadas atualmente para padronização dos ensaios de  $K_{Ic}$ , CTOD e  $J_{Ic}$  temos: ASTM E 1820 [9], E 1290 [10] e E 399 [11], ISO 12737 [28] e BSI 7448 part 1 [20]. Por causa dos limites restritos de deformação plástica,  $K_{Ic}$  só pode ser caracterizado na zona de baixa tenacidade dos materiais (patamar inferior). Os métodos de teste  $J_{Ic}$  e curva J-R permitem consideravelmente mais deformação plástica, mas estes testes só são válidos na zona de alta tenacidade dos materiais (patamar superior). Atualmente, o ensaio de CTOD é o único método padronizado para medição de tenacidade à fratura na região de transição dúctil-frágil [16]. A primeira norma para o ensaio de CTOD foi publicada na Grã-Bretanha em 1979 [20]. Depois a ASTM publicou a norma E 1290 [10], uma versão americana da norma de CTOD. A norma britânica só permite corpos de prova de flexão, enquanto a norma ASTM prevê tanto medidas de CTOD em corpos de prova compactos (tração) quanto em corpos de prova de flexão. Ambas as normas admitem duas configurações de corpos de prova de flexão: 1) uma seção transversal retangular com  $W = 2B$ , a geometria padrão para os ensaios de  $K_{Ic}$  e  $J_{Ic}$ ; 2) uma seção transversal quadrada com  $W = B$ . O corpo de prova retangular é mais utilizado com as orientações L-T ou T-L; a seção quadrada é geralmente aplicada para as orientações L-S ou T-S [16]. A definição de L, T e S está de acordo com a norma ASTM E 399-90 (97) [11]

Estimativas de CTOD experimentais são feitas pela separação do CTOD em componentes elásticos e plásticos. O CTOD elástico ( $\delta_e$ ) é obtido do K, conforme equação (2.5)

$$\delta_e = \frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_e E} \quad (2.5)$$

O componente plástico do CTOD é obtido assumindo-se que as metades do corpo-de-prova estão rígidas e giram em redor de um ponto, como ilustrado na figura 2.8. Este conceito se aplica a corpos de prova com trinca em cunha solicitados em flexão em três pontos de apoio. O deslocamento plástico na boca da trinca,  $V_p$ , está relacionado com o CTOD plástico por meio de

construção por similaridade de triângulos, conforme equação (2.6), onde  $r_p$  é um fator rotacional, uma constante sem dimensão entre 0 e 1 que define a posição relativa do aparente ponto de giro.

$$\delta_p = \frac{r_p (W - a) V_p}{r_p (W - a) + a + z} \quad (2.6)$$

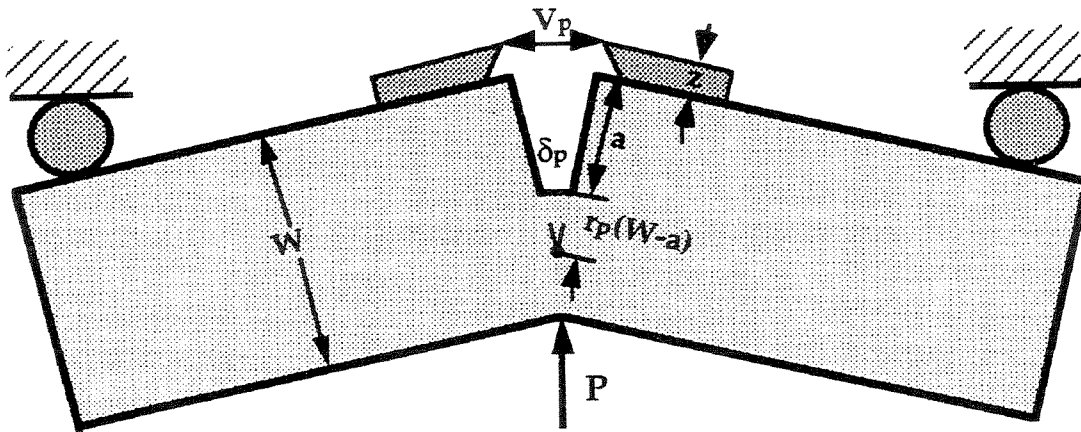


Fig.2.8: O modelo tipo dobradiça para estimativa do valor de CTOD dos corpos de prova de flexão por três pontos, por semelhança de triângulos [16].

O deslocamento da abertura da boca da trinca ( $CMOD = V_g$ ) é medido com um “clip gage”. A componente plástica ( $V_p$ ) é obtido da curva carga-deslocamento pela construção de uma linha paralela à linha de carregamento elástico conforme mostrado na figura 2.9 [16].

Existem algumas definições alternativas de CTOD. As duas mais comuns, que estão ilustradas na figura 2.10, são o deslocamento na ponta original da trinca e o deslocamento interceptado por um ângulo de  $90^\circ$ . Uma definição posterior foi sugerida por Rice, e é geralmente usada para inferir CTOD nas medidas de elementos finitos. Nota-se que estas duas definições são equivalentes se a trinca se arredonda como um semicírculo.

A definição constante na norma de terminologia da ASTM (E 1823) [12] para CTOD é: o deslocamento da trinca resultante da deformação local (elástica mais plástica) em locais variavelmente definidos próximos da ponta da trinca original (antes da aplicação da carga).

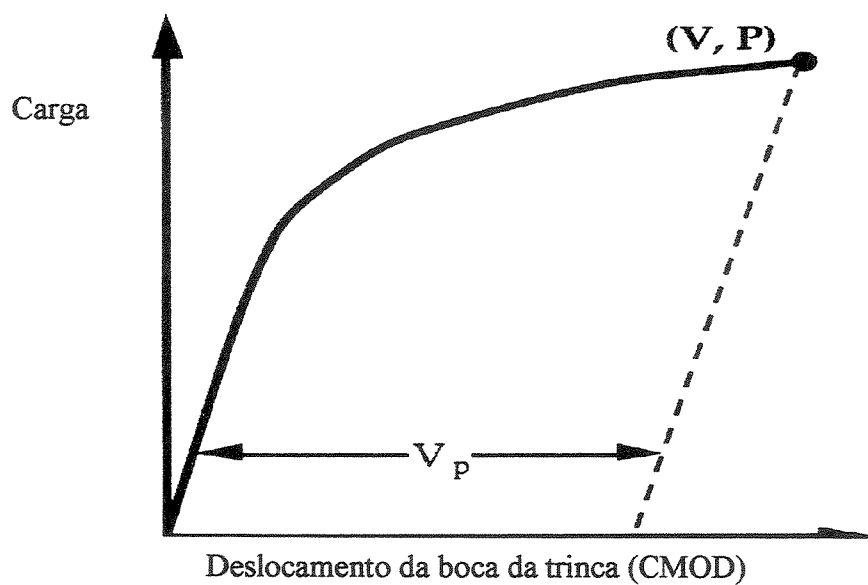
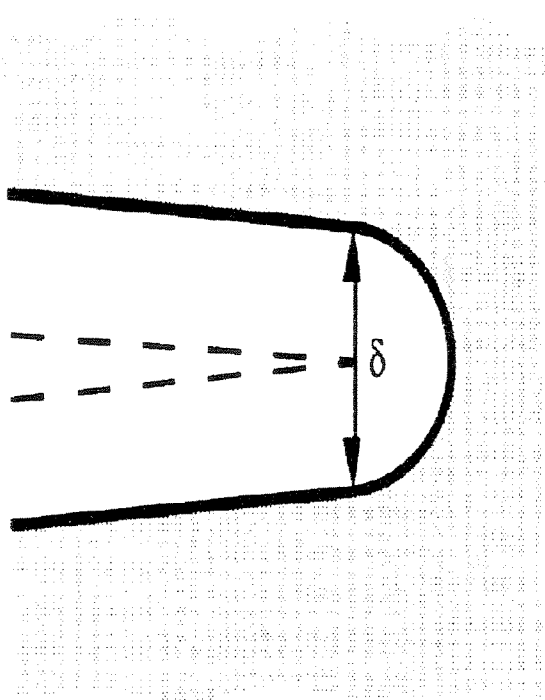
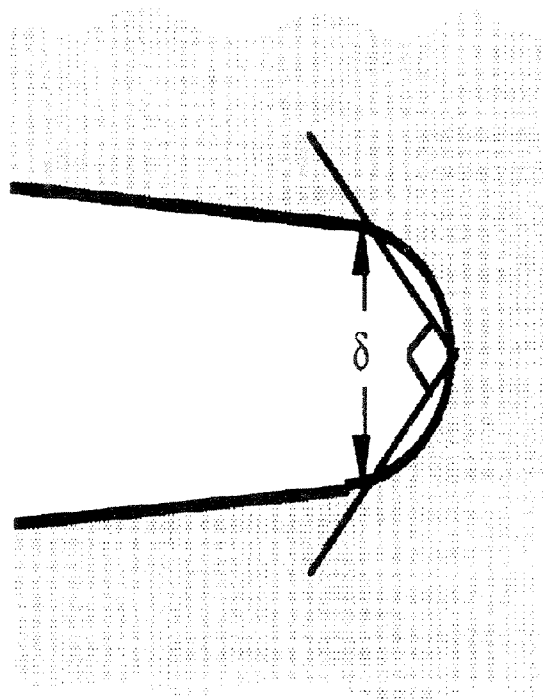


Fig.2.9: Determinação da componente plástica ( $V_p$ ) do deslocamento da abertura da boca da trinca ( $CMOD = V_g$ ) [16].



(a)



(b)

Fig.2 10: (a) Deslocamento na ponta original da trinca. (b) Deslocamento na intersecção de um vértice de 90° com os flancos da trinca [16].

Aplicáveis a materiais dúcteis ou frágeis, bem como a aços na transição dúctil frágil, as normas BSI e ASTM de CTOD incluem uma notação para valores críticos de CTOD que descrevem o comportamento à fratura de corpos de prova conforme abaixo [10, 12, 16, 20]:

- $\delta_c$  - CTOD crítico no estabelecimento da fratura instável com um crescimento estável de trinca menor do que 0,2 mm. Corresponde à zona de baixa tenacidade dos aços com temperaturas abaixo da temperatura de transição (patamar inferior).
- $\delta_u$  - CTOD crítico no estabelecimento da fratura instável que tenha sido precedido de um crescimento estável de trinca maior do que 0,2 mm.
- $\delta_m$  - CTOD no ponto em que se atinge a carga máxima de platô. Isto ocorre próximo da zona de alta tenacidade com temperaturas acima da temperatura de transição (patamar superior)

A figura 2.11 mostra curvas esquemáticas relativas a cada cenário acima [10, 16].

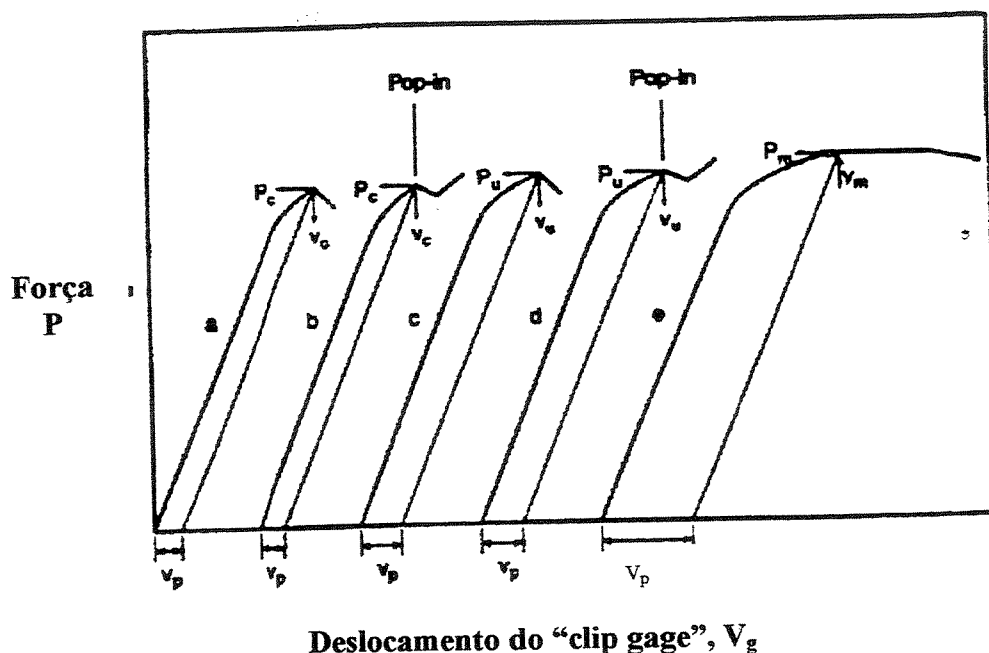


Fig.2.11: Vários tipos de curva-deslocamento para testes de CTOD (a)  $CTOD_c$  sem “pop in”; (b)  $CTOD_c$  com “pop in”; (c)  $CTOD_u$  sem “pop in”; (d)  $CTOD_u$  com “pop in”; (e)  $CTOD_m$  [10].

Em estudos de caracterização do aço 2,25Cr-1Mo efetuados pelo American Petroleum Institute em 1982 [1], pôde ser visto que a 50°F (10°C) o valor de  $J_{Ic}$  está acima de 1.500kJ/m<sup>2</sup>. Este alto valor de  $J_{Ic}$ , segundo o API, resulta em uma aparente extensão da trinca devido ao arredondamento na ponta da trinca de pelo menos 0,15 mm antes da interseção da curva R com a curva de arredondamento. A alta ductilidade e tenacidade deste material resultaram, portanto, em extremo arredondamento da ponta da trinca antes do crescimento estável da trinca. Os ensaios foram feitos sempre acima de 50°F (10°C) e chegaram a valores de até 350°F (176°C). Segundo o estudo, após 20.000 horas de fragilização isotérmica a 468°C, a tenacidade foi a mesma medida antes da fragilização [1].

### **2.11 Influência da Espessura do Corpo de Prova nos Ensaios de Tenacidade à Fratura**

Os corpos de prova dos ensaios de tenacidade à fratura têm tamanhos finitos e a fratura desses corpos de prova sempre envolve alguma deformação plástica à frente da trinca. Um fator importante a considerar é a espessura dos corpos de prova [48].

Na análise de mecânica da fratura, a maioria das configurações, para as quais há uma solução K de forma fechada, consiste de uma trinca com uma forma simples em uma placa infinita. Ou seja, as dimensões da trinca são pequenas quando comparadas com o tamanho da placa e as condições na ponta da trinca não são influenciadas pelo contorno externo. À medida que o tamanho da trinca aumenta, ou que as dimensões da placa diminuem, o contorno externo começa a influenciar na ponta da trinca [16]. Em corpo de prova espesso, a grande profundidade de material à frente da trinca tende a restringir o escoamento plástico paralelo à trinca. Por outro lado, uma trinca em um corpo de prova fino não está sujeito a esta restrição. Pode-se concluir que a espessura do corpo de prova exerce influência no estado de tensões [48].

No item 2.10 já foi explicado o conceito de tensão plana e de deformação plana. A figura 2.12(a) mostra uma situação em que  $\sigma_z$  é muito pequena e pode ser assumida igual a zero. Portanto, neste caso, predomina tensão plana. Já na figura 2.12(b), devido à espessura B na direção Z ser relativamente grande quando comparada com a profundidade da trinca,  $\sigma_z$  não pode ser ignorada. Observa-se que o valor de  $\sigma_z$  cai para zero em ambas as superfícies do corpo de

prova ( $z = \pm B/2$ ), mas aumenta rapidamente com a distância a partir das superfícies. A distribuição de  $\sigma_z$  com  $z$ , na ponta do entalhe ( $x=0$ ), está mostrada nas figuras 2.12(c) e 2.12(d). A figura 2.12(d) mostra o caso de um corpo de prova espesso, onde  $\epsilon_z = 0$ , configurando deformação plana [48].

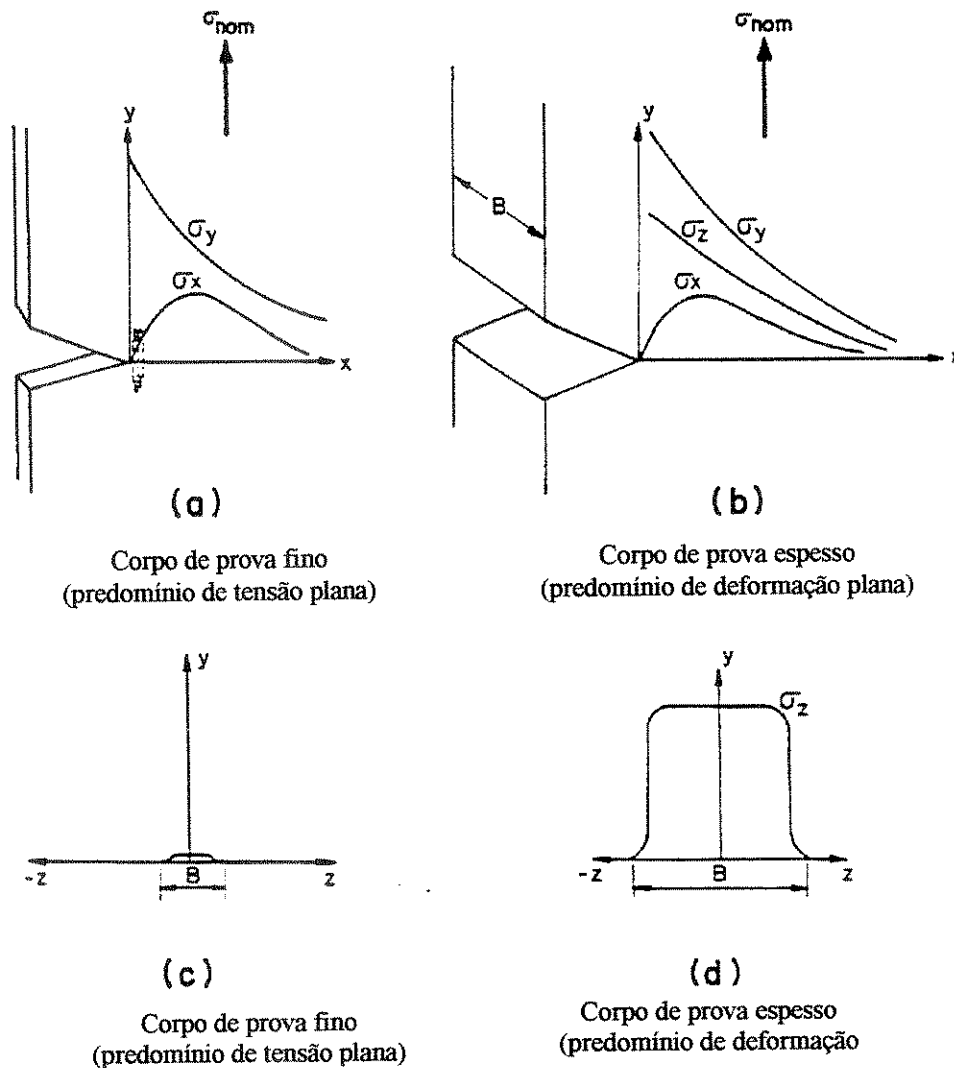


Fig.2.12: Influência da espessura do corpo de prova sobre o estado de tensões [48]

Ao exercer grande influência sobre o estado de tensões, a espessura, em consequência, afetará também a ductilidade, o tamanho da zona plástica e o comportamento quanto à tenacidade à fratura do corpo de prova [48].

Consideremos agora uma placa trincada sujeita à tensão de tração remota. A figura 2.13 ilustra esquematicamente o efeito da largura finita na distribuição de tensões na ponta da trinca, que é representada pela linha de forças. Desde que a tensão de tração não pode ser transmitida através da trinca, as linhas de força são desviadas ao redor delas, resultando em uma concentração de tensão local. Na placa infinita, a linha de força à distância  $W$  da linha central da trinca tem componentes nas direções  $x$  e  $y$ . Se a largura da placa é restrita a  $2W$ , a força  $F_x$  deverá ser zero na extremidade livre. Esta condição de contorno faz com que as linhas de força sejam comprimidas, o que resulta em uma intensificação de tensões maior na ponta da trinca. Soluções mais apuradas para uma trinca em uma chapa infinita tem sido obtidas de análise de elementos finitos [16].

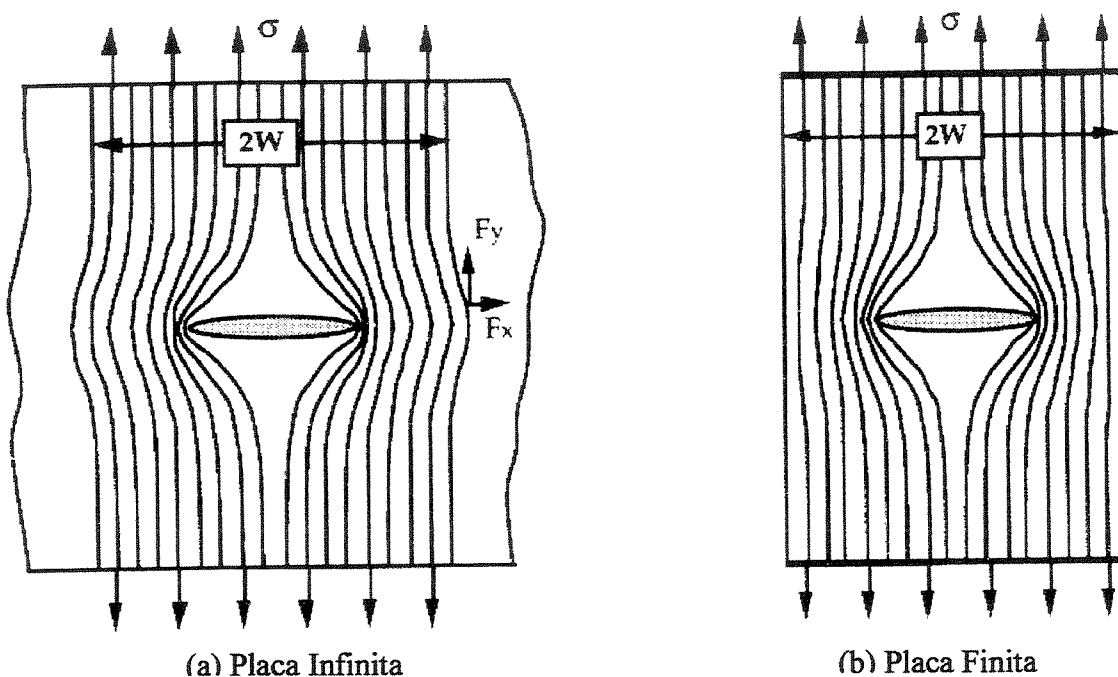


Fig.2.13: Efeito da concentração de tensões devido à trinca através de uma placa de largura finita e de uma placa de largura infinita [16].

Em deformação plana, o plano de instabilidade da fratura é perpendicular à direção da máxima tensão normal, enquanto que em tensão plana o plano de instabilidade da fratura é inclinado em  $45^\circ$  em relação à direção da máxima tensão normal. A máxima tensão de

cisalhamento, para tensão plana, corresponde à metade de  $\sigma_e$ , a ponta da trinca arredonda, com conseqüente relaxação de tensões, como mostra a figura 2.14(a). Já em deformação plana, devido à forte restrição ao escoamento plástico, a tensão efetiva de escoamento, dentro da zona plástica, se eleva muito acima de  $\sigma_e$ , atingindo um valor muito próximo de  $3\sigma_e$ , numa região muito próxima da ponta da trinca, conforme a fig.2.14(b) [48].

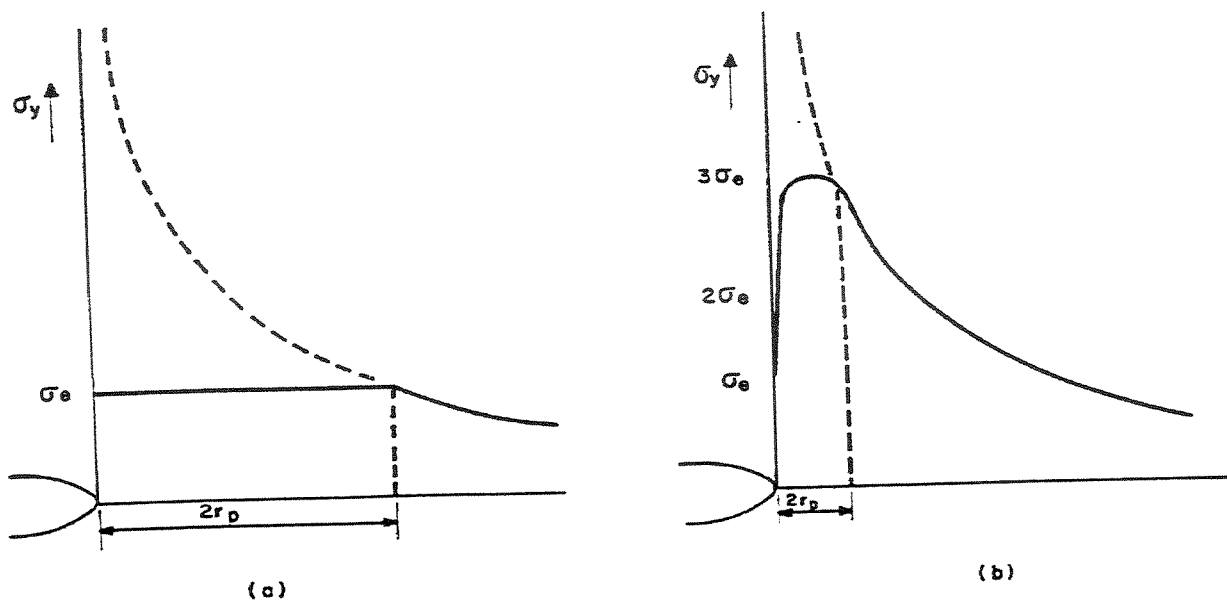


Fig.2.14: Distribuição de tensões à frente de uma trinca: (a) tensão plana; (b) deformação plana [48].

O efeito da espessura na tenacidade está relacionado com a transição gradual da condição de tensão plana para deformação plana [48]. A zona plástica deve ser pequena comparada à espessura do corpo de prova para ativar as condições de deformação plana na interface elasto-plástica. Quando a zona plástica alcança uma fração significativa da espessura da chapa, o estado de tensões na extremidade da zona plástica é tensão plana, mas condições de deformação plana podem persistir na ponta da trinca, adentrando na zona plástica. Com a deformação plástica futura, entretanto, o nível de triaxialidade na ponta da trinca se relaxa. Um grau menor de triaxialidade de tensões usualmente resulta em tenacidade mais alta. A figura 2.15 mostra o efeito da espessura no fator de intensidade de tensões crítico no modo I,  $K_{Ic}$  [16].

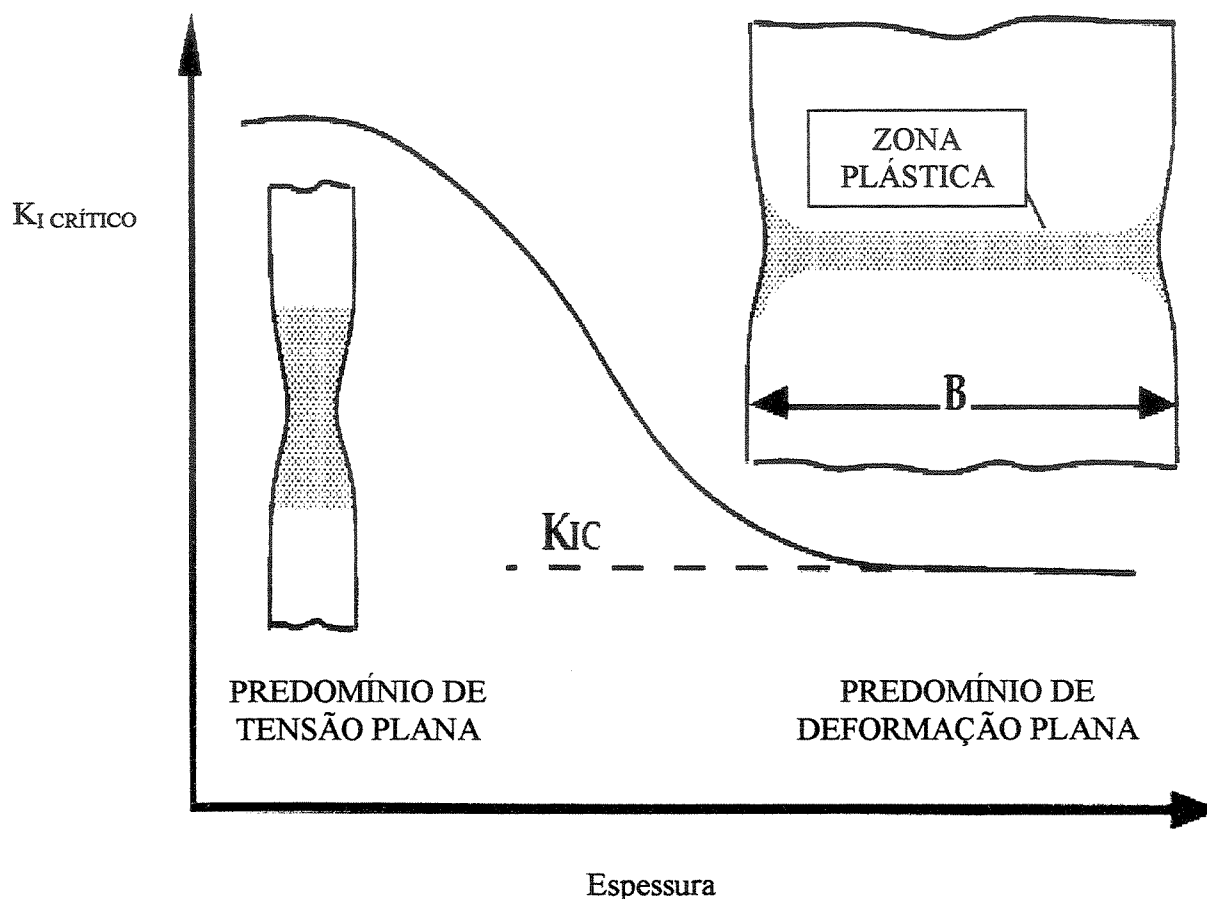


Fig.2.15: Efeito da espessura do corpo de prova na tenacidade à fratura no modo I.

Espessuras menores (relativas ao tamanho da zona plástica) correspondem nominalmente à fratura em tensão plana. A tenacidade à fratura diminui com o aumento da espessura até que um patamar seja alcançado. Aumentos posteriores na espessura têm pequeno ou nenhum efeito na tenacidade. O valor crítico de  $K_I$  no patamar é definido como  $K_{Ic}$ , a tenacidade à fratura em deformação plana [16], ou fator de intensidade de tensão crítico em deformação plana [48]. As dimensões no plano do corpo de prova ou de uma estrutura são tão importantes quanto a espessura. Para que o fator de intensidade de tensão tenha sentido, deve haver uma zona de domínio de singularidade próximo à ponta da trinca. Quando a zona plástica se torna muito grande, a zona de domínio de singularidade é destruída e  $K$  não caracteriza mais as condições na

ponta da trinca. Portanto, a zona plástica deve ser envolvida dentro de uma zona de domínio de singularidade. Em geral, a zona de singularidade é relativamente pequena para escalas de comprimento no plano da estrutura. A ASTM E-399 [7] estabelece os requisitos para se garantir condições de deformação plana, enquanto que os requisitos de dimensões no plano asseguram que o comportamento nominal é elástico linear e  $K_I$  caracteriza as condições na ponta da trinca.

O valor de  $K_C$  corresponde ao valor de intensidade de tensão crítico para propagação da trinca, mas não é uma propriedade intrínseca do material, porque é dependente da espessura [48]. (Andersen [16] evita convencionar o uso de  $K_C$  para valores críticos de  $K_I$  correspondentes a menos restrição que deformação plana porque esta convenção pode levar à confusão quando outros modos de carga estão presentes). Diferente de outros parâmetros de tenacidade de materiais o  $K_{Ic}$  é essencialmente independente das dimensões dos corpos de prova, quando predomina a condição de deformação plana. Por isto, dentro de certos limites,  $K_{Ic}$  é considerado como uma propriedade intrínseca do material. Convém observar que um dado material estrutural pode exibir uma faixa de valores de  $K_{Ic}$  devido à dependência da tenacidade à fratura de fatores externos ao material (temperatura e taxa de deformação) e inerentes ao material (orientação do plano da trinca, microestrutura, etc.). Portanto o valor de  $K_{Ic}$  refere-se a uma condição específica do material e à circunstância sob a qual a informação foi obtida [48].

A fratura de um corpo de prova fino consiste, geralmente, em uma certa fração de fratura oblíqua (alta energia de fratura) e outra fração de fratura plana (baixa energia de fratura). Em geral, com a amostra tornando-se mais espessa, a percentagem de fratura oblíqua torna-se menor e a energia necessária para iniciar a propagação instável da trinca diminui. Por este motivo, observa-se uma queda de  $K_C$  com o aumento da espessura [48].

## **2.12 Projeto de Junta Soldada para Ensaio de CTOD e Localização do Entalhe na ZAC**

Para teste de CTOD no metal de solda, a orientação através da espessura (figura 2.16.a) é usualmente preferida por causa da variedade de regiões na solda que são amostradas [16]. Entretanto, há casos em que a superfície entalhada (figura 2.16.b) pode amostrar uma região

particular do metal de solda, tais como a raiz ou o acabamento, ou o entalhe pode ser localizado em uma micro-estrutura particular, tal como o metal de solda não refinado [16].

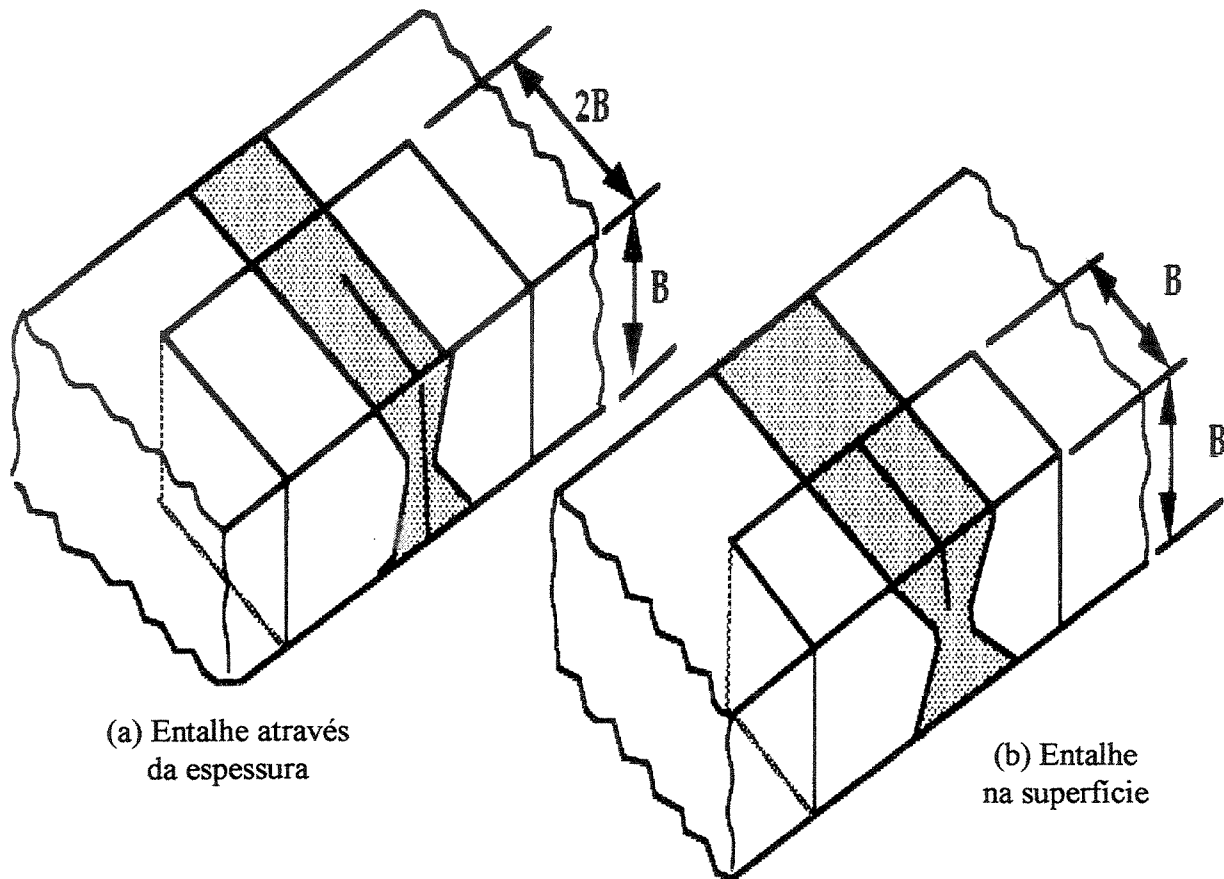


Fig.2.16. Posição do entalhe no Corpo de Prova de CTOD [16].

A localização do entalhe na ZAC frequentemente depende do tipo de solda. Se as soldas são produzidas somente para ensaios mecânicos, por exemplo, como parte de uma qualificação de procedimento de soldagem ou um programa de pesquisa, a junta soldada pode ser produzida para facilitar o teste na ZAC [16]. A figura 2.17 ilustra a preparação em “K” e em “meio V”, que simula respectivamente as soldas em “duplo V” e em “V”. Para o ensaio de tenacidade à fratura, um entalhe através da espessura é colocado no lado reto da ZAC do “K” ou do “meio V”, conforme mostrado na figura 2.17.

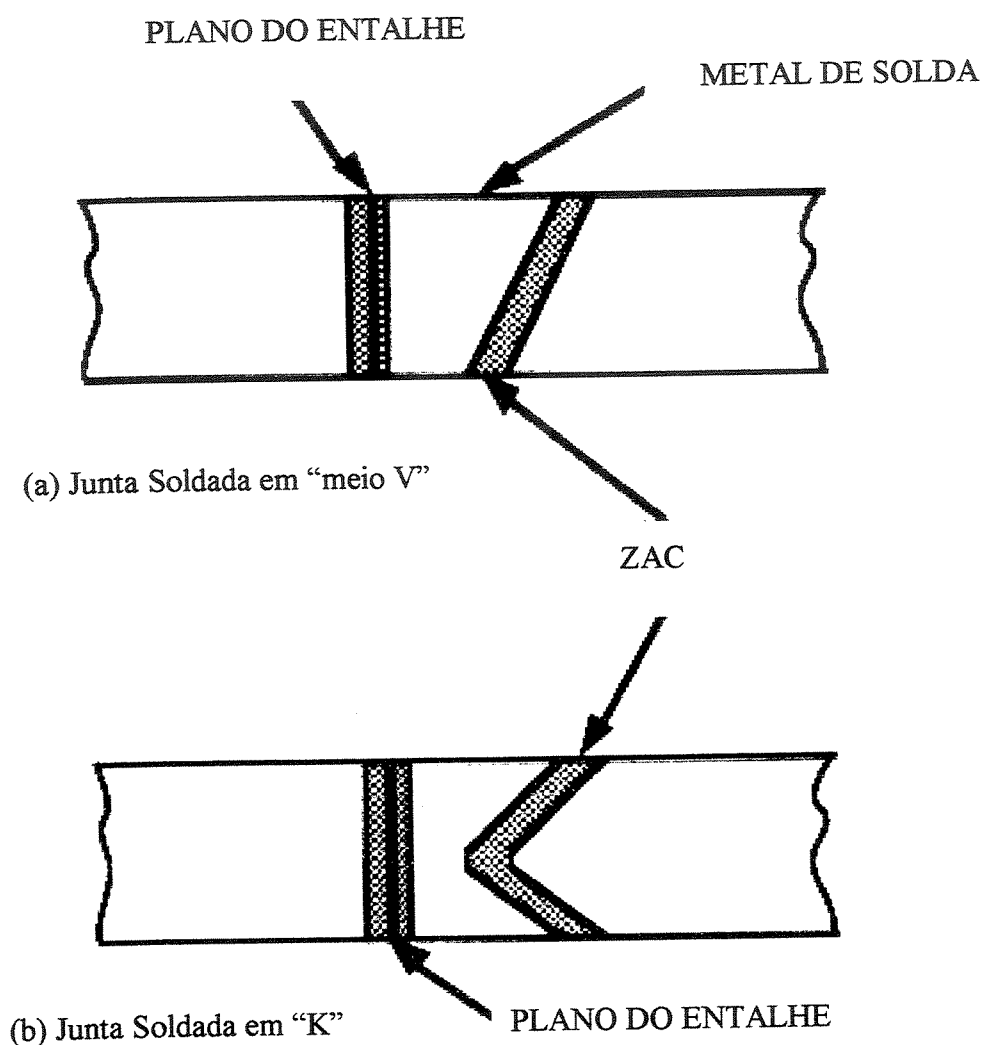


Fig.2.17: Projetos especiais de juntas soldadas para ensaios de tenacidade à fratura da ZAC [16].

A norma britânica [21] fornece uma nomenclatura do posicionamento dos corpos de prova de CTOD relativa à orientação da solda. Nesta nomenclatura N é a direção normal à direção de soldagem, P é a direção paralela à direção de soldagem e Q é a direção da espessura da solda. Nesta nomenclatura a primeira letra é a direção normal ao plano da trinca e a segunda letra é a

direção esperada de propagação da trinca. A figura 2.18 indica as direções possíveis de retirada dos corpos de prova de CTOD segunda a norma BSI 7448:part 2:1997 [21].

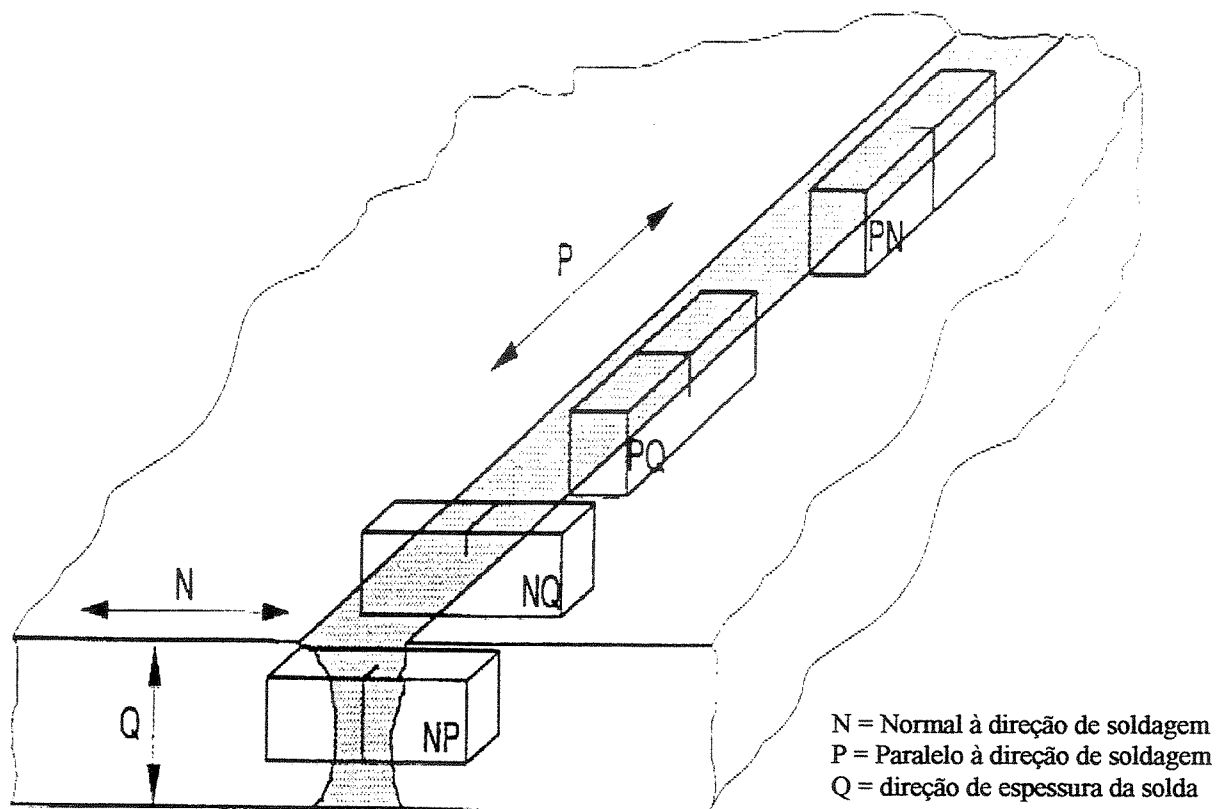
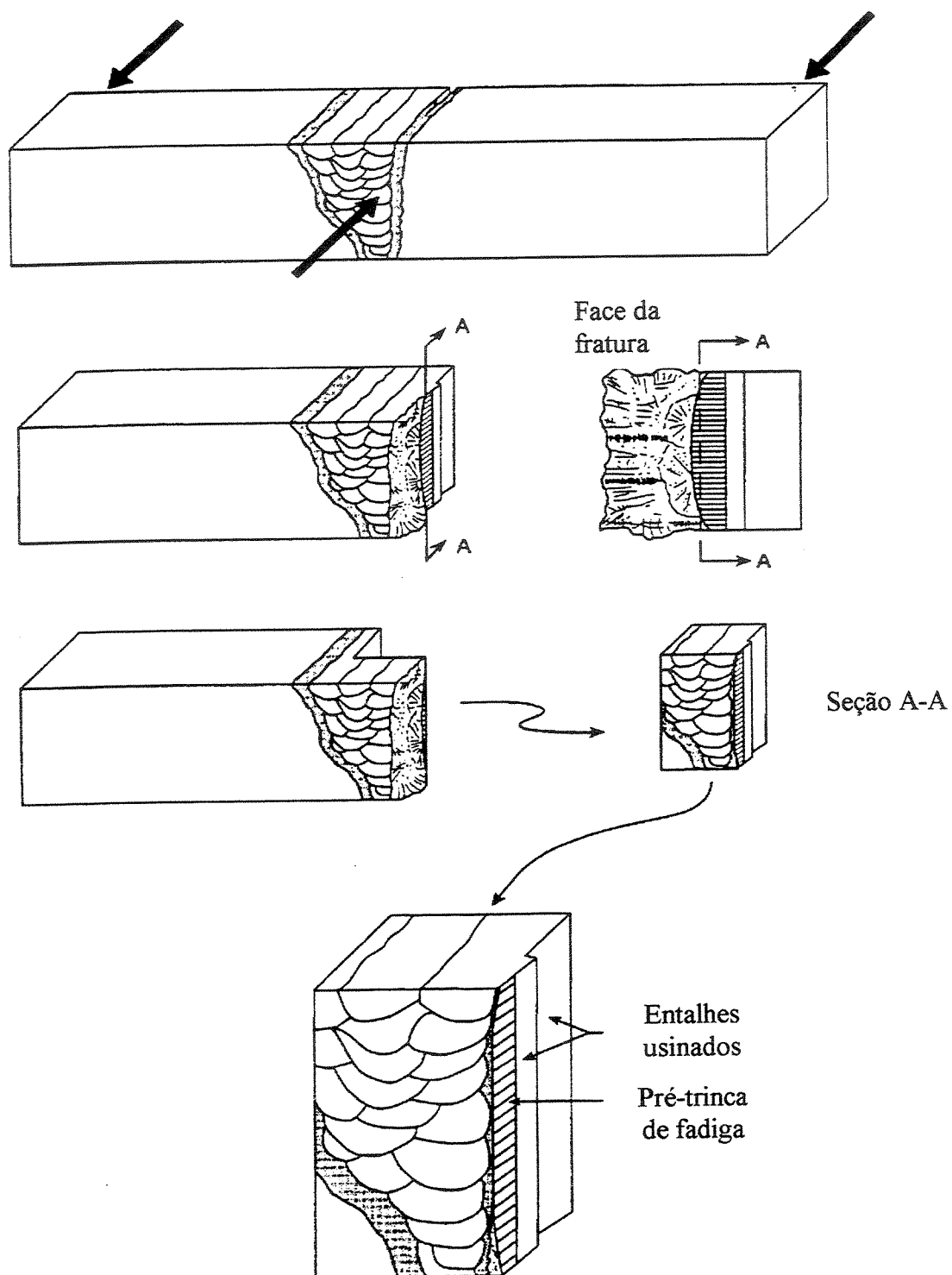


Fig. 2.18: Código de orientação do plano da trinca para corpos de prova de tenacidade à fratura em juntas soldadas [21].

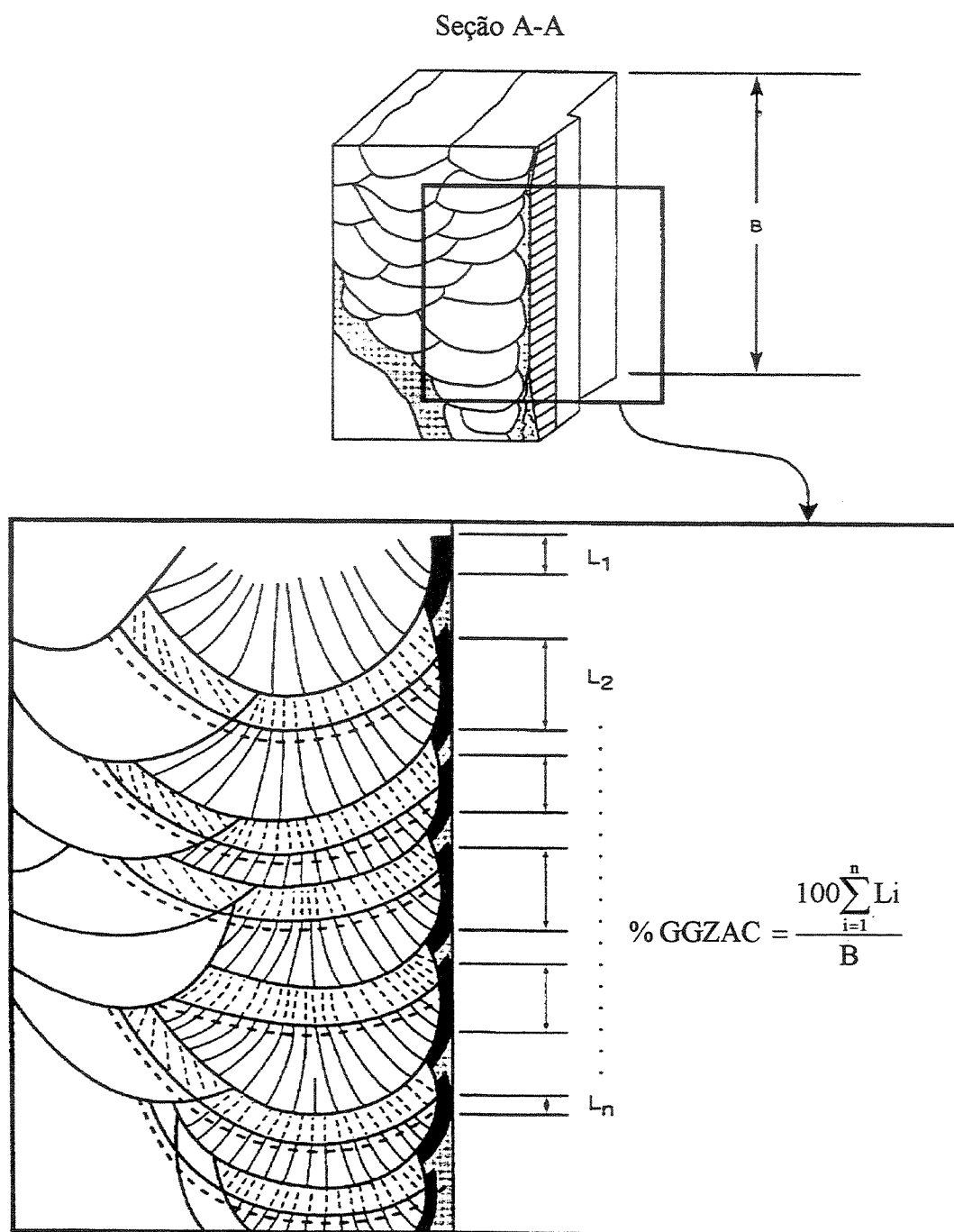
### 2.13 Análise da Granulometria da Região da ZAC Atingida pela Ponta da Pré-trinca de Fadiga após Ensaio de CTOD

As figuras 2.19(a) e 2.19(b) descrevem respectivamente o corte de metade da ZAC de um corpo de prova de CTOD rompido e o cálculo da quantidade de grãos grosseiros amostrada pela ponta da pré-trinca de fadiga, conforme a recomendação prática API RP 2Z[2].



(a) Corte de metade da ZAC de um corpo de prova de CTOD

Fig.2.19: Metodologia da API RP 2Z[2] para identificação da região atingida pela ponta da pré-trinca de fadiga (continua).



(b) Cálculo da quantidade de grãos grosseiros em amostra retirada da ponta da pré-trinca de fadiga do corpo de prova de CTOD.

Fig.2.19: Metodologia da API RP 2Z[2] para identificação da região atingida pela ponta da pré-trinca de fadiga (continuação).

A recomendação prática do American Petroleum Institute, API RP 2Z [2], que descreve o método de corte do corpo de prova de CTOD para análise pós-teste e quantificação da quantidade de material de grãos grosseiros da ZAC na ponta da trinca, mostrados na figura 19, pode ser estendida para a quantificação de grãos finos da ZAC ou de metal de solda na ponta da trinca. Um grande espalhamento nos resultados dos ensaios de CTOD realizados na zona afetada pelo calor pode ser observado, principalmente em corpos de prova de espessuras maiores, devido à grande variedade estrutural à frente da ponta da pré-trinca de fadiga do corpo de prova. Em função disto, torna-se importante o uso da metodologia descrita pela recomendação prática do API RP 2Z [2].

## **Capítulo 3**

### **Materiais e Métodos**

#### **3.1 Obtenção dos Materiais**

Foi utilizado como metal de base para a fabricação da junta soldada, objeto de estudo deste trabalho, uma chapa de aço baixa liga da família dos aços Cr-Mo que se enquadra na especificação técnica ASTM 387 grau 22 classe 2, com 400 mm de comprimento, 338 mm de largura e 138 mm de espessura. O material foi cedido pela PETROBRAS/CENPES e é sobra do material que foi utilizado na montagem do reator da unidade de HDT da PETROBRAS/REPLAN. Tal chapa sofreu ainda na usina um tratamento térmico de austenitização no patamar de 920°C por aproximadamente seis horas, com resfriamento por imersão em água (têmpera), seguida de revenimento na temperatura de 650°C por aproximadamente cinco horas, com resfriamento ao ar. Foi fabricado pela siderúrgica francesa “Creusot-Loire Industrie”, no ano de 1996, sendo acalmado e degaseificado à vácuo em forno elétrico [39, 45].

Os consumíveis de soldagem utilizados na produção da junta soldada estão descritos no item 3.2 a seguir.

### 3.2 Metodologia de Produção da Junta Soldada

A produção da junta soldada foi feita com base na mesma especificação de procedimento de soldagem (EPS) utilizada para as chapas de produção utilizadas nos reatores da REPLAN e da RPBC e utilizadas em dissertações anteriores [32, 39, 45] e a qualificação do procedimento de soldagem atendeu ao código ASME, seção IX [5].

A geometria das juntas não foi mais com chanfro do tipo “duplo U” como as juntas de produção originais. Optou-se por utilizar chanfro em “K” para que fosse facilitada a retirada dos corpos de prova de CTOD na região da ZAC, conforme mostrado na figura 2.17. A ZAC da chapa com chanfro reto da junta em “K” assim obtida possibilitou a usinagem de corpos de prova de CTOD com a trinca de fadiga feita na direção que corta a espessura da chapa e é paralela à face reta do “K”. Tal trinca assim produzida se propagou em regiões compostas de grãos grosseiros da ZAC (GGZAC) e de grãos finos da ZAC (GFZAC). Tal facilidade não poderia ser obtida com o entalhe em duplo “U”, pois os corpos de prova de CTOD teriam que ser oblíquos em relação à face da chapa, o que dificultaria muito o trabalho de usinagem dos mesmos.

O novo perfil está representado com as dimensões previstas antes da soldagem na figura 3.1, a seguir.

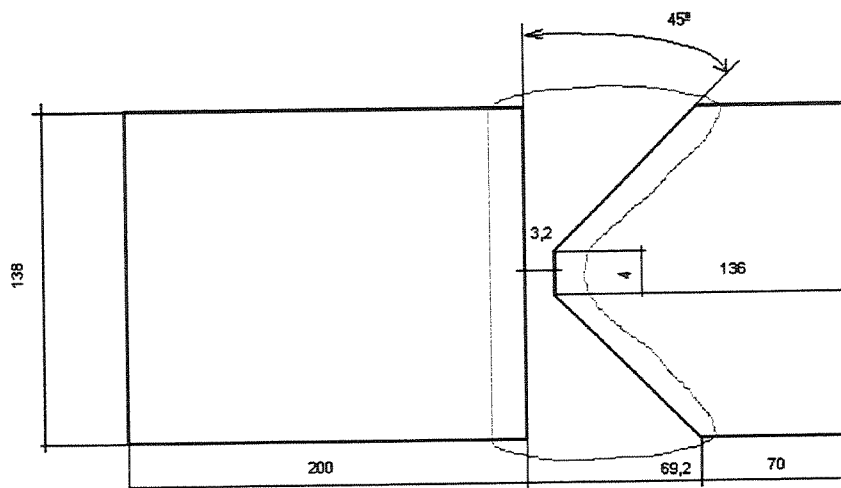


Fig.3.1: Perfil com as dimensões da junta preparada para soldagem (dimensões em mm).

Procurou-se, na medida do possível, seguir a “especificação de procedimento de soldagem”, originalmente emitida e qualificada pela Confab Equipamentos. A junta soldada originalmente produzida na fabricação dos reatores de HDT da REPLAN e da RPBC utilizou o processo de soldagem a arco elétrico por eletrodo revestido nos dois primeiros passes para realização da selagem. O eletrodo utilizado originalmente foi o E-9015-B3, com 4 mm no primeiro passe e 5 mm no segundo passe. A composição química deste eletrodo é semelhante à do material de base, ou seja, 2,25%Cr e 1%Mo. Os demais passes do procedimento original foram realizados por soldagem por arco submerso (SAW). O fluxo utilizado originalmente neste processo foi o UV-420 TTRW da THYSSEN e o arame utilizado originalmente foi o EB3 de 4 mm de diâmetro. A especificação completa da combinação eletrodo-fluxo conforme a AWS A5.23 é: F8P2 EB 3 – B3. O B3 indica que a composição química do metal de solda obtido através desta combinação fluxo/aramé foi similar à do metal de base.

A especificação do procedimento de soldagem originalmente qualificada pela Confab apresenta os dados mostrados a seguir, na tabela 3.1.

Tab.3.1: Variáveis utilizadas na especificação de procedimento de soldagem (EPS) qualificada na Confab, utilizada para a confecção da junta.

Processo	Passes	Material de Adição		Corrente (Amperes)	Polaridade	Tensão (Volts)	Velocidade (cm/min)
		AWS	Diam. (mm)				
SMAW	1 – Selagem	E-9015-B3	4	140-190	CC+	24-28	10-35
SMAW	2- Selagem	E-9015-B3	5	190-250	CC+	24-28	10-35
SAW	Enchimento	F8P2-EB3-B3	4	580-600	CA	28-32	54-62
	Acabamento						

Com relação ao procedimento original algumas modificações se fizeram necessárias durante a execução da junta soldada. A primeira delas, conforme citado anteriormente, foi a mudança do perfil do chanfro. Em função da dificuldade de se obter os consumíveis especificados no mercado nacional, já que o eletrodo para o processo SMAW (E-9015-B3) e o arame para o processo SAW (EB3) são importados, optou-se pela utilização dos consumíveis já disponíveis na Confab. Assim sendo, a junta foi realizada utilizando-se eletrodos de 3,2 mm em ambos os processos. O fluxo UV-420 também foi mantido. Como o diâmetro do eletrodo não é

variável essencial, de acordo com o código ASME, seção IX [5], então não houve necessidade de novos ensaios para a requalificação do procedimento de soldagem. Apesar da mudança no diâmetro dos eletrodos implicar em alteração dos parâmetros de tensão e corrente, procurou-se reduzir a velocidade de soldagem para a manutenção do mesmo aporte de calor (“heat input”) para o processo de soldagem por arco submerso. Para o processo de soldagem por eletrodo revestido procurou-se minimizar o “heat input” em função de estar prevista a goivagem e o novo enchimento pelo processo de soldagem por arco submerso.

Os dois primeiros passes executados pelo processo de eletrodo revestido exerceram a função de selagem, possibilitando o início da utilização do processo a arco submerso. A figura 3.2, mostra a junta soldada, em fase de fabricação, após a realização dos passes de selagem com eletrodo revestido.



Fig.3.2: Junta soldada, em fase de fabricação, após a realização dos passes de selagem pelo processo de soldagem a arco com eletrodo revestido.

A goivagem prevista dos passes feitos por eletrodo revestido foi mantida, em função da possibilidade maior de inclusão de escória que o chanfro em “K” induz no processo de soldagem. Desta maneira foram realizados os passes 1 e 2, pertencentes respectivamente às camadas 1 e 2 e em seguida realizadas as camadas três a oito (conforme figura 3.3) através da soldagem por arco submerso do mesmo lado. O processo foi interrompido após a camada 8, foi feita a inversão da peça, e a goivagem das camadas previamente depositadas por eletrodo revestido. Após a goivagem foram feitas as camadas subseqüentes, com seqüência balanceada, conforme indicado na figura 3.3, com o objetivo de evitar deformações e tensões residuais na peça. Após a camada 19 foi feito um pós-aquecimento de duas horas, com objetivo de possibilitar a interrupção do trabalho para continuação no dia seguinte. Este pós-aquecimento foi de apenas duas horas, com temperatura mínima de 300°C, porque o pós-aquecimento mencionado no registro de qualificação de procedimento de soldagem (RPQS) foi feito com quatro horas a 300°C, para a espessura total da peça, e após a camada 19 tinha-se aproximadamente a metade da espessura da peça, tendo o tempo de pós-aquecimento aplicada nesta etapa sido, portanto, proporcional à espessura da peça, conforme o procedimento do código ASME, seção VIII, div.2 [4]. Após o final do processo de soldagem foi realizado um pós-aquecimento, com temperatura mínima de 300°C, durante quatro horas. As variáveis utilizadas durante o processo de soldagem estão relatadas na tabela 3.2, onde está resumida a seqüência de 142 passes de soldagem.

Tab.3.2: Parâmetros utilizados na soldagem da junta na Confab

Relatório de soldagem da junta em “K” em chapa 2,25Cr-1Mo												
com dimensões 340x 400 x138mm												
CONFAB EQUIPAMENTOS - 11 A 13/03/2002												
Passe	Posição	Processo	Eletrodo AWS	Diâmetro Eletrodo (mm)	Fluxo	Polaridade	Corrente	Tensão	Velocidade (cm/min)	Temperatura Pré-aquecim. (°C)	Temperatura Interpasse(°C)	Heat Input
							min-max (Amp)	min-max (Volts)				min-max (kJ/mm)
1	Plana	SMAW	E-9015-B3	3,2	UV-420	CC+	99 -102	24-26	7,7-10	> 200	< 300	1,4-2,1
2	Plana	SMAW	E-9015-B3	3,2	UV-420	CC+	103-109	24-27	9,7-13,4	> 200	< 300	1,1-1,8
3-142	Plana	SAW	E-B3	3,2	UV-420	CC+	420-490	28-31	32-40	> 200	< 300	1,8-2,6

A figura 3.3 mostra o croqui da sequência de passes realizada.

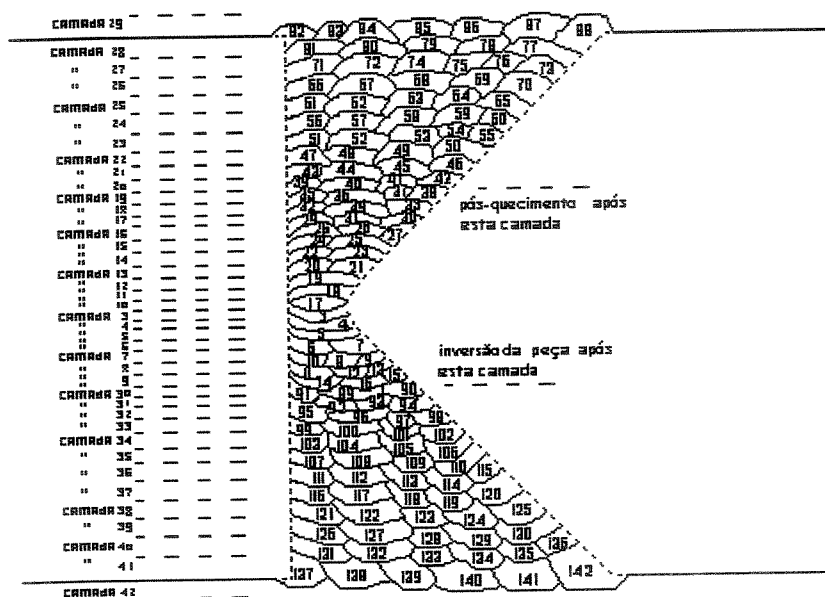


Fig.3.3: Croqui mostrando a sequência de passes na junta soldada na Confab.

No perfil da junta soldada mostrado nas figura 3.3 e na foto da figura 3.5, obteve-se uma ZAC relativamente retilínea e homogênea na região reta do chanfro em “K”, nas regiões intermediárias entre as camadas de acabamento e as camadas da região de goivagem. Nas regiões dos passes de acabamento obteve-se uma falta de linearidade decorrente da sobreposição das camadas de acabamento sobre o metal de base e na região da goivagem obteve-se falta de linearidade decorrente da retirada de parte do metal de base durante a goivagem. Em função disto foi previsto o descarte das regiões dos passes de acabamento e de goivagem durante a retirada dos corpos de prova de CTOD.

Após a soldagem foram realizados os ensaios por partícula magnética nas duas superfícies, além de ensaios por radiografia e por ultra-som. Os ensaios não destrutivos (END) iniciais foram realizados pela própria CONFAB, dentro de suas instalações. O ensaio radiográfico foi realizado através de raios X e o ensaio de ultra-som foi realizado com cabeçotes de 45° e 60°. Em função do esmerilhamento do reforço da solda dos dois lados, para possibilitar o ensaio por ultra-som, a espessura final da junta foi de 132 mm. O ensaio por partícula magnética não detectou nenhuma

descontinuidade superficial. O ensaio radiográfico e o ensaio por ultra-som detectaram inclusão de escória em três regiões. As regiões um e três, onde foi observada inclusão de escória, pertencem às duas extremidades onde foram previstos cortes da peça principal para não retirada de CPs de CTOD na ZAC. Por questão de aproveitamento, os corpos de prova de CTOD que estavam previstos ser retirados do metal de base foram extraídos destas extremidades. A região dois, onde foi observada escória, está na parte referente à futura peça 1 e está indicada juntamente com as outras regiões na figura 3.4. Foi feito outro ensaio não destrutivo por ultra-som na Petrobras/Engenharia/SL/Sequi-SP, com maior precisão e identificou-se que a escória da região 2 se estende por toda a zona indicada em verde na figura 3.4. Em função da escória, optou-se por não retirar corpos de prova nesta região. A marcação precisa da região dos defeitos na peça se fez necessária para evitar a região durante a usinagem dos corpos de prova de CTOD.

A figura 3.4 mostra as regiões com indicação de escória e a delimitação das futuras regiões para corte das peças 1, 2 e 3.

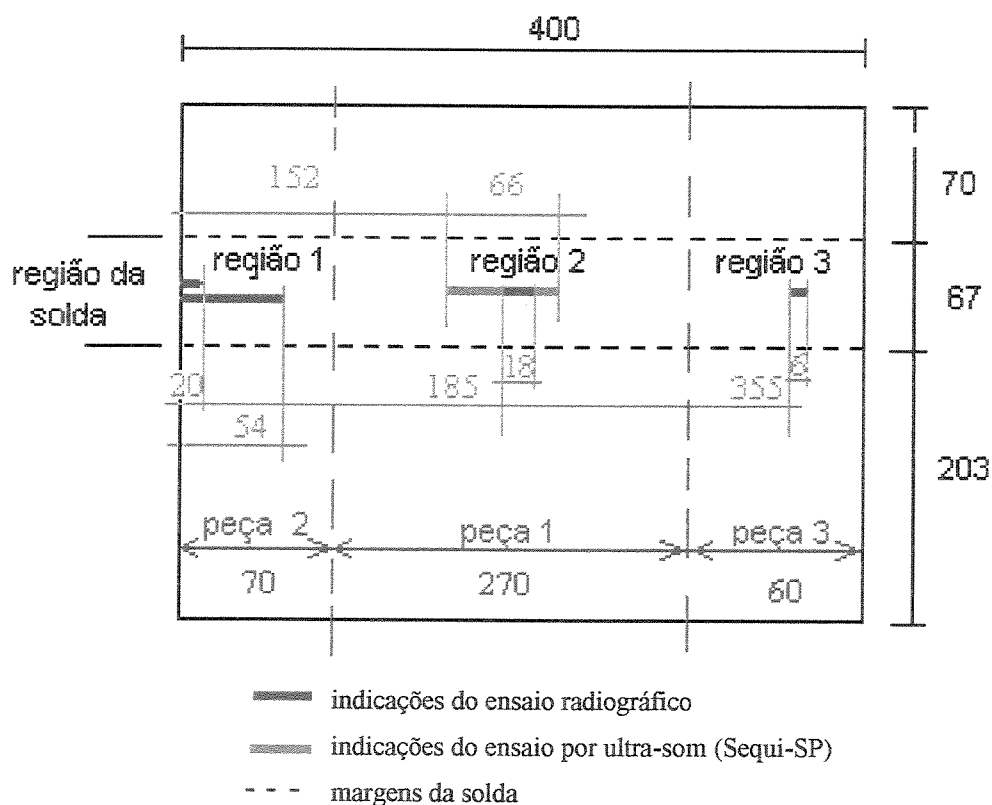


Fig.3.4: Regiões com indicação de escória, conforme detectado por END. Vista superior da peça (dimensões em mm).

A figura 3.5 mostra uma foto da seção transversal da junta soldada, identificando o metal de solda, as duas zonas afetadas pelo calor e o metal de base, revelados através de macrografia realizada na peça principal (peça 1). A largura da ZAC se situou na faixa de 2,5 a 3 mm.

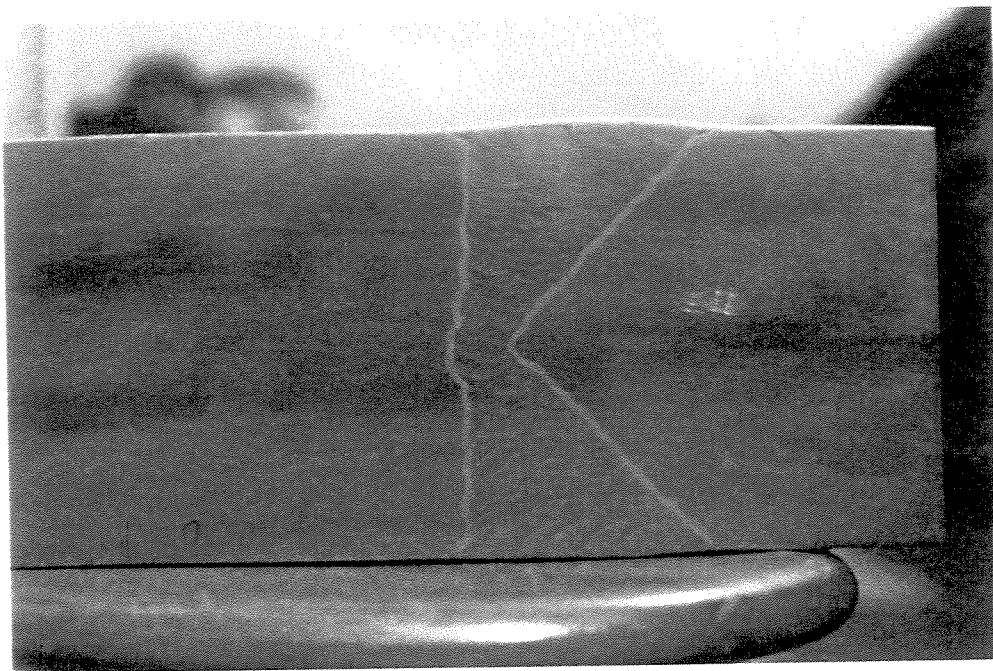


Fig.3.5: Foto mostrando seção transversal com o perfil da junta soldada, através de macrografia realizada na peça 1.

Após o corte feito através de usinagem nas duas extremidades da peça e da conseqüente obtenção de três peças (figura 3.10), foi realizada a execução de tratamento térmico de alívio de tensões (TTAT) em duas das três peças (peças 1 e 2). Uma das extremidades cortada, a que se retirou 70 mm da dimensão principal, foi chamada de peça 2 e foi tratada termicamente, porque dela estava prevista a retirada de corpos de prova no metal de base tal como ele foi tratado durante a construção dos reatores da HDT. No tratamento original dos reatores, os mesmos foram colocados por inteiro dentro do forno de tratamento térmico da Confab. A peça principal foi chamada de peça 1 (sofreu TTAT) e dela estava prevista a retirada dos corpos de prova de CTOD na junta soldada, em regiões isentas de defeito. Da peça 3, que não sofreu TTAT, também foram retirados corpos de prova de CTOD em metal de base (MB), para efeito de comparação dos valores de CTOD com os valores dos corpos de prova da peça 2 que sofreu TTAT.

O tratamento térmico de alívio de tensões foi realizado pela empresa HOTWORK LEYLAND AQUECIMENTOS INDUSTRIAIS LTDA, nas instalações da PETROBRAS/REVAP e seguiu o procedimento a seguir.

Primeiramente foram instalados os termopares TIPO “K” nas peças 1 e 2 conforme as figuras 3.6 e 3.7.

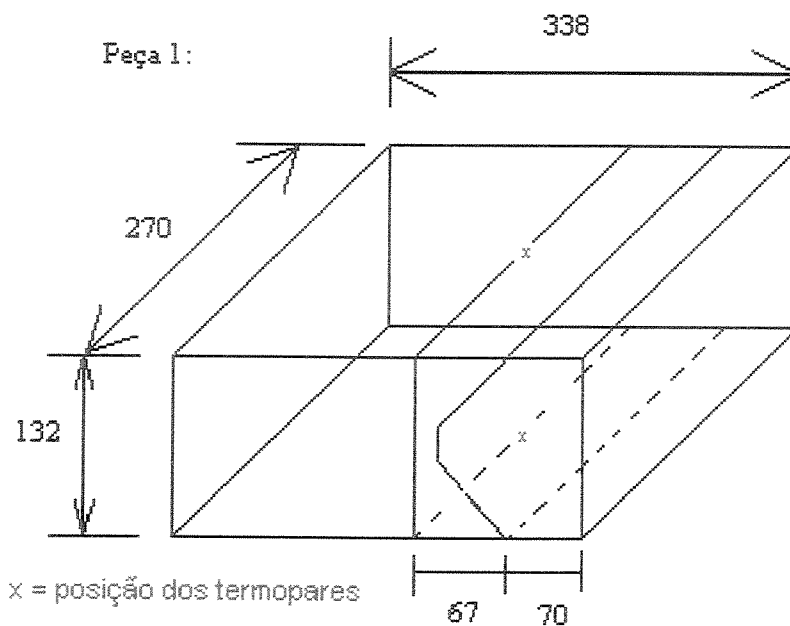


Fig.3.6: Locais de posicionamento dos termopares na peça 1.

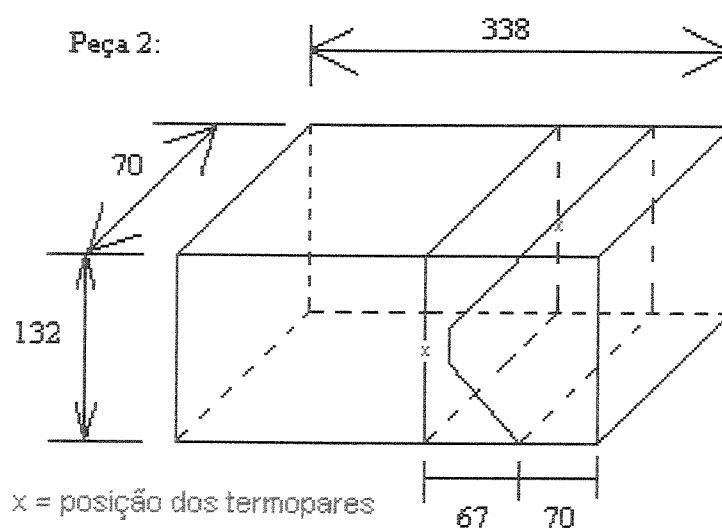


Fig.3.7: Locais de posicionamento dos termopares na peça 2.

Dois conjuntos de resistências elétricas foram instalados em cada uma das duas peças que foram então isoladas com mantas térmicas. Cada conjunto de resistência elétrica foi ligado em um dos canais de um controlador lógico programável. Este controlador comandou todo o tratamento térmico de alívio de tensões conforme os parâmetros descritos a seguir:

Material tratado: ASTM A 387 grau 22 classe 2 (2,25Cr-1Mo)

Dimensões: conforme figuras 3.6 e 3.7

Controle da velocidade de aquecimento: após os 300°C

Velocidade de aquecimento: máxima de 56°C/hora

Tempo total de aquecimento: 6h 57min

Temperatura e tempo de permanência no patamar: 690°C durante 10 horas

Variação da temperatura de patamar admissível:  $\pm 10^\circ\text{C}$

Velocidade de resfriamento: máxima de 56°C/hora

Meio de resfriamento: ar calmo

Controle da velocidade de resfriamento: após os 300°C

Tempo total de resfriamento: 6h 57min

Número e distribuição dos termopares:

- (a) Dois na peça principal (peça 1), sendo posicionados simetricamente em cada lado da espessura de 132 mm, localizados sobre a face reta do chanfro em “K” na dimensão de 338 mm, e a 135 mm de cada extremidade da dimensão de 270 mm (figura 3.6).
- (b) Dois na peça 2, sendo um de um dos lados da peça, na espessura de 132 mm, e outro simetricamente posicionado do outro lado, ambos localizados sobre a face reta do chanfro em “K” na dimensão de 338 mm e no centro da espessura de 132 mm (figura 3.7).

O tratamento foi registrado em gráfico e os termopares foram identificados no protocolo de tratamento térmico incluindo os respectivos certificados de aferições.

A figura 3.8 mostra a curva do TTAT realizado na peça.

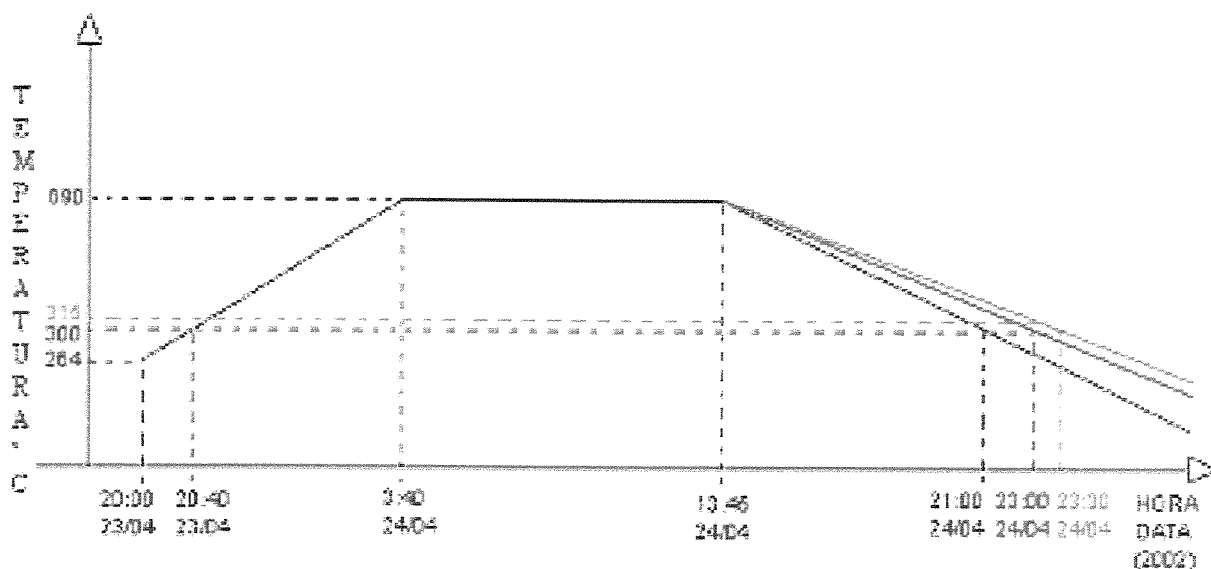


Fig.3.8: Curva do TTAT realizado.

### 3.3 Metodologia de Produção dos Corpos de Prova de CTOD

É importante, antes de ser mencionada a metodologia de obtenção dos corpos de prova de CTOD, deixar bem claro que a análise da propriedade mecânica de tenacidade à fratura feita neste trabalho é toda fenomenológica. Em nenhum momento procurou-se encontrar um valor de CTOD que pudesse ser utilizado como valor de projeto para cálculos de avaliação de integridade estrutural dos reatores existentes hoje na Petrobras. Esta decisão foi direcionada basicamente em função dos altos custos envolvidos, do maior grau de dificuldades para se reproduzir uma quantidade maior de juntas soldadas e principalmente das restrições para se realizar o tratamento térmico de “Step Cooling” com tensão em um corpo de prova com as dimensões da espessura da chapa dos reatores existentes, utilizando-se força necessária para gerar a tensão equivalente de 138,6 MPa. Como não existe hoje no Brasil equipamento capaz de realizar o tratamento com a carga que seria necessária, optou-se pelo estudo fenomenológico do comportamento do aço 2,25Cr-1Mo nas três situações: com “Step Cooling” com tensão, com “Step Cooling” sem tensão e sem “Step Cooling”, além dos ensaios no metal de base.

Para cada uma das três condições de ensaio da junta soldada foram previstos dezoito corpos de prova de CTOD, baseados na norma ASTM E 1290-99, todos eles do tipo corpos de prova de flexão com geometria retangular. Na sequência foram feitas as seguintes atividades:

1- Verificação inicial da direção de laminação da chapa por meio de análise metalográfica. Devido ao processo original de laminação e forjamento, seguido de têmpera e revenimento, não foi possível identificar a real direção de laminação. Optou-se pela adoção da norma britânica BSI 7448 part 2:1997 [21], que se baseia na direção de progressão da soldagem, para se especificar a direção do CP de CTOD na peça.

2- Corte da chapa em duas partes, na direção de progressão de soldagem e usinagem de chanfro em "K", fazendo-se a preparação apenas na chapa que não teria chanfro reto, conforme mostrado na fig.3.9. O código de orientação do plano da trinca conforme a figura 2.18 e conforme a norma BSI 7448: part 2:1997 [21] é NQ.

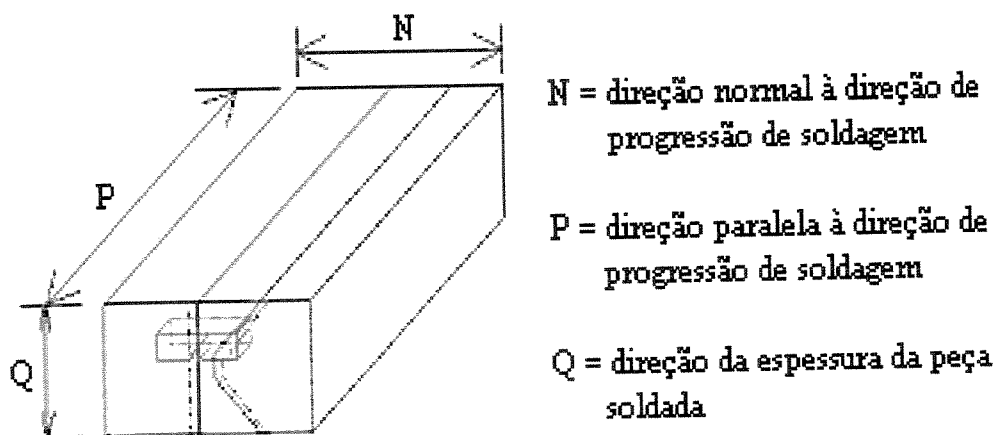


Fig.3.9: Confeção da junta em "K" e posição dos corpos de prova de CTOD na chapa (NQ).

3- Fabricação da junta soldada de topo, tratamento térmico de alívio de tensões e realização de ensaios não destrutivos na mesma, conforme relatado no item 3.2. Após o resultado dos ensaios não destrutivos, foram feitas as marcações com punção das regiões, com indicação de escória, que deveriam ser evitadas.

4- Corte de uma tira de aproximadamente 70mm de uma das extremidades da junta e de outra tira de 60mm da outra extremidade, perpendicular à direção de progressão da soldagem, conforme indicações de escória na figura 3.4, para não utilização da parte referente à junta soldada na confecção dos corpos de prova (CPs) de CTOD e aproveitamento para retirada dos CPs de CTOD de material de base. A figura 3.10 mostra o esquema de cortes da peça.

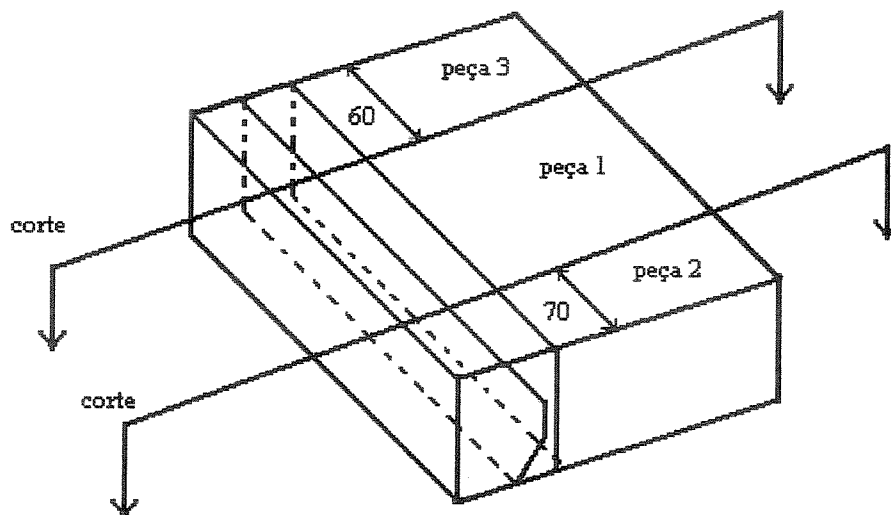


Fig.3.10: Esquema de corte das extremidades da junta soldada (dimensões em mm).

A figura 3.11 mostra a foto do detalhe das marcações com punção feitas na peça principal, denominada peça 1, referente a indicação de escória. A região central desta peça, onde se encontravam tais indicações, não foi utilizada para a retirada de corpos de prova de CTOD.

5- Usinagem de nove seções transversais retangulares, perpendiculares à direção de progressão da soldagem, em cortes iniciais de 7mm de espessura, na peça 1. Os corpos de prova de CTOD deveriam obedecer posteriormente o posicionamento indicado na figura 3.9.

6- Separação das nove seções, três a três, para os diferentes tipos de tratamento térmico. Três destas seções, numeradas respectivamente como quatro, cinco e seis, sofreram, de imediato, o tratamento de “Step Cooling” sem aplicação de tensão na STM (Sistema de Testes de Materiais) na cidade de São Carlos. Este tratamento foi feito simultaneamente aos ensaios de “Step Cooling” com tensão descritos no passo 10, utilizou as mesmas máquinas para o tratamento, o

mesmo aparelho “data logger” apresentados na figuras 3.14(a) e o mesmo módulo de comando de rampas e patamares apresentados na figura 3.14(b). Outras três seções, numeradas respectivamente como um, dois e três, foram separadas para o tratamento de “Step Cooling” com aplicação de tensão indicado nos passos 9 e 10, a seguir. E as três últimas seções, numeradas respectivamente como sete, oito e nove, não sofreram nenhum tratamento de fragilização.

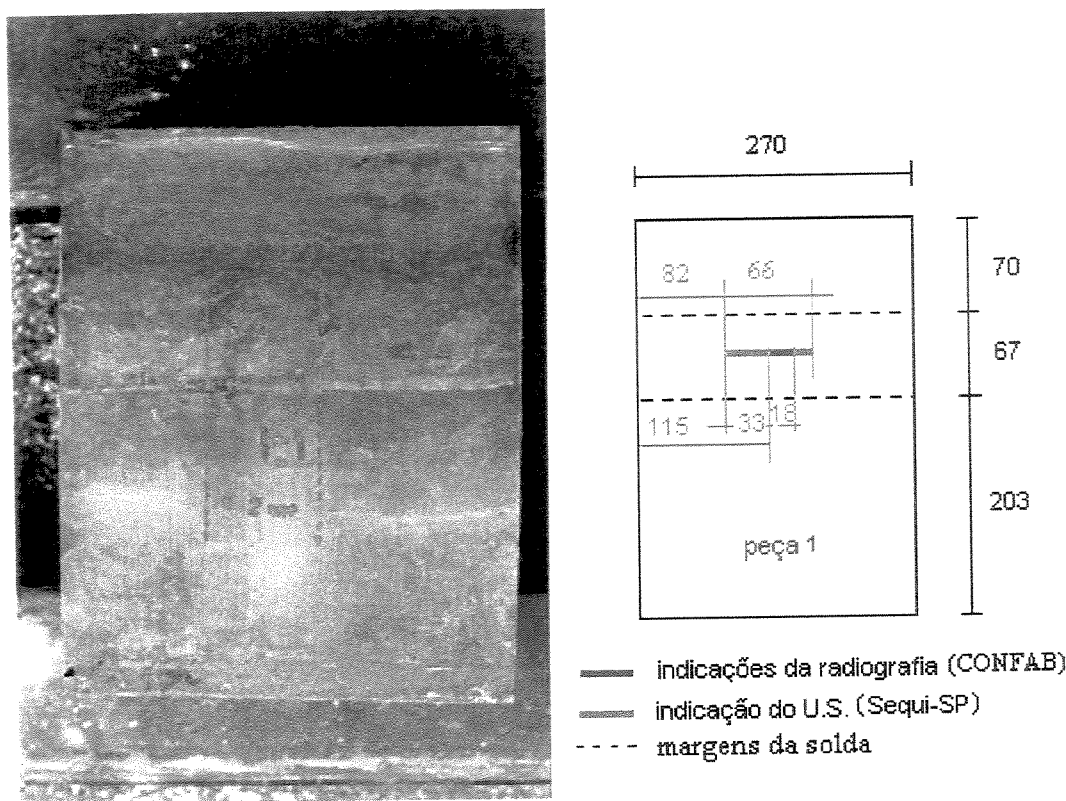
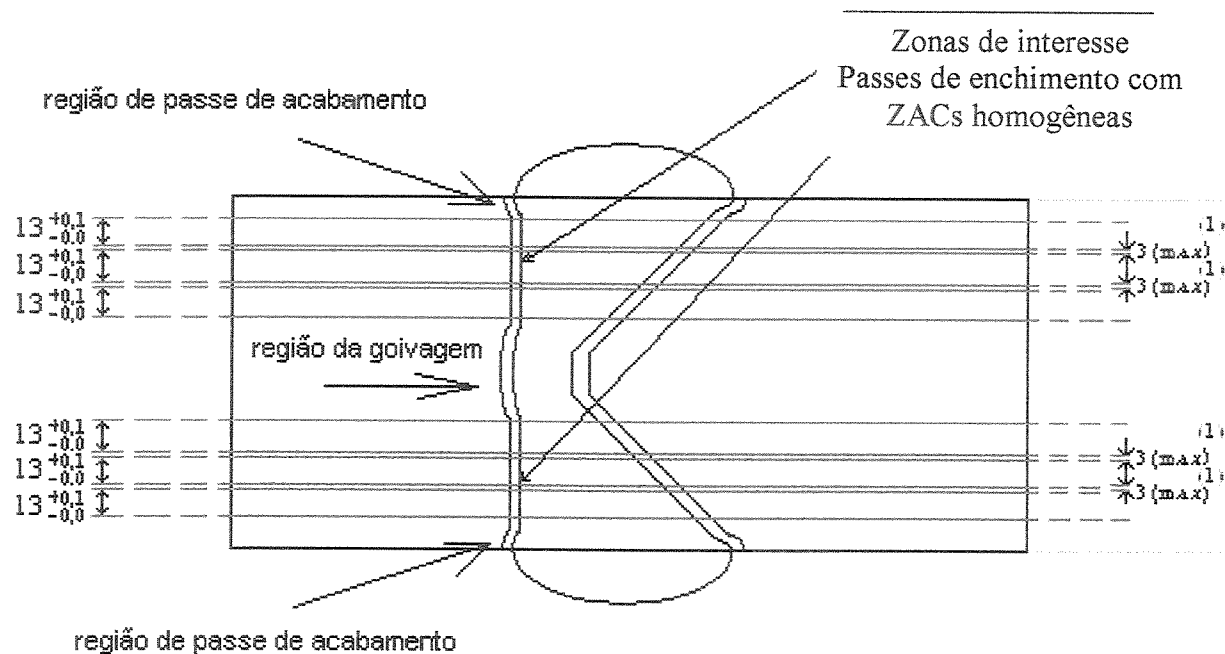


Fig.3.11: Vista superior da peça 1, com o detalhe das marcações com punção referente às regiões com indicação de escória, evitadas na retirada dos corpos de prova de CTOD da junta soldada.

7- Análise macrográfica das seções retangulares de 132mm x 338mm x 7 mm. Através destas macrografias foram feitas a localização da ZAC e a observação das regiões de melhor linearidade.

8- Delimitação por traçagem, seguida de corte ao longo dos 132 mm, de seis barras com 13 mm de altura, em cada uma das nove seções de 7mm x 132mm. Foram retiradas seis barras de seção retangular de 7mm x 13mm x 340mm, três na metade superior da junta soldada e três na metade inferior da junta soldada, em cada uma das nove seções transversais conforme figura 3.12.



Em verde a posição dos cortes para a usinagem de três barras superiores e três barras inferiores

(1) A medida em referência indica a máxima retirada pelo corte com serra

Fig.3.12: Indicação do posicionamento para retirada de seis barras de 7 mm x 13 mm de seção transversal de cada uma das nove seções retangulares transversais à solda (dimensões em mm).

Para a retirada destas barras foram evitadas as regiões dos passes de acabamento de ambos os lados da junta soldada e a região da goivagem no centro da junta, devido à falta de linearidade da ZAC nestas regiões, conforme previsto anteriormente no item 3.2. Exceção foi feita na seção indicada como sendo a de número 1, em que uma linearidade mínima permitiu a retirada de uma barra extra na região central, obtendo-se no total, portanto, cinquenta e cinco barras. A identificação das barras, que seria depois convertida como identificação final dos corpos de prova de CTOD, foi feita com o número da seção de onde ela foi retirada, acrescida de uma letra de A até F. A barra extra foi denominada como 1G.

9- Usinagem de roscas nas extremidades para fixação nas máquinas onde seriam tratadas, nas dezenove barras separadas, conforme indicado no passo 6, para o tratamento térmico de “Step Cooling” com aplicação de tensão. A figura 3.13, mostra a foto das dezoito primeiras barras (não está incluída a 1G) nas quais o tratamento de “Step Cooling” com tensão foi realizado.

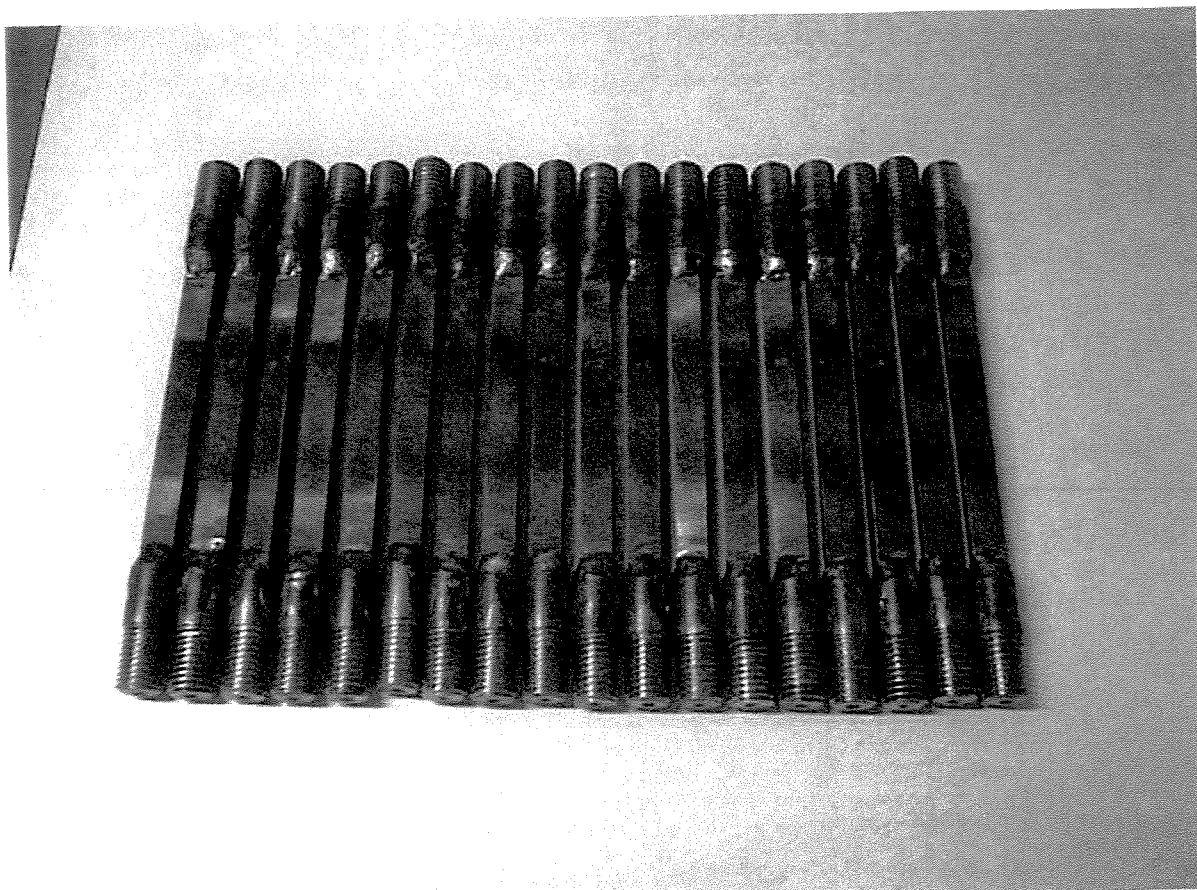
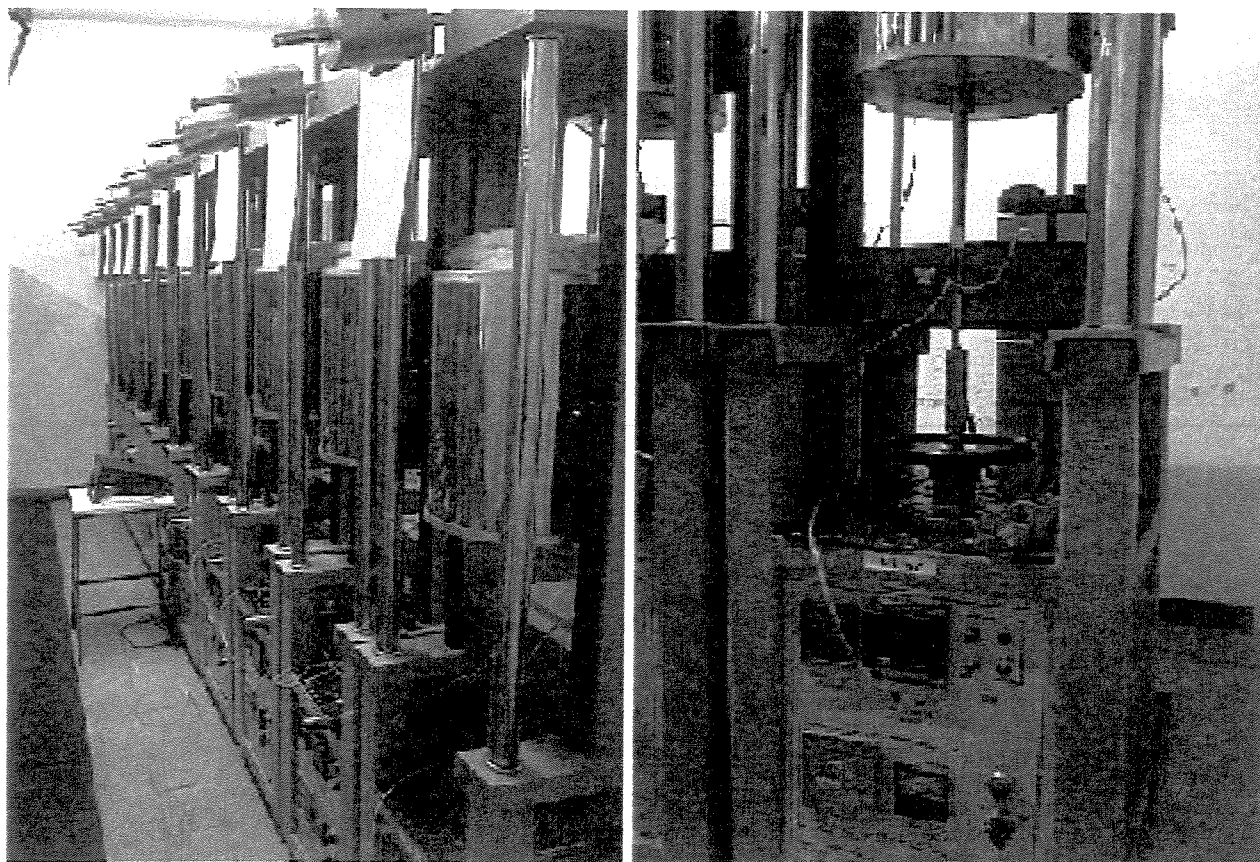


Fig.3.13: Foto das dezoito barras iniciais antes do tratamento de “Step Cooling” com aplicação de tensão, na STM, em São Carlos.

10- Realização do tratamento de “Step Cooling” com tensão nas dezenove barras identificadas como 1A a 1G, 2A a 2F e 3A a 3F. Este tratamento foi feito em dez das máquinas de fluência da STM (Sistema de Testes de Materiais) na cidade de São Carlos, mostradas na figura 3.14(a). Em uma primeira etapa foram tratadas dez barras, em uma segunda etapa mais oito e em uma etapa extra foi tratada a última barra. Os dados de temperatura e tempo foram armazenados durante a execução dos tratamentos térmicos. O controle de rampas e patamares foi executado através de um módulo tipo controlador universal microprocessado, com possibilidade de execução de até 49 eventos de rampas e temperaturas, marca NOVUS, modelo N1100. A figura 3.14(b) mostra o controlador. Para o armazenamento e registro de temperatura foi utilizado um aparelho “Data Logger”, marca Fluke, modelo Hydra Series II-2635A, que também aparece na figura 3.14(a). O aparelho fez uma varredura seqüencial das máquinas a cada 5 minutos.



(a) Vista das 10 máquinas utilizadas para o tratamento de “Step Cooling” com tensão e do “Data Logger”

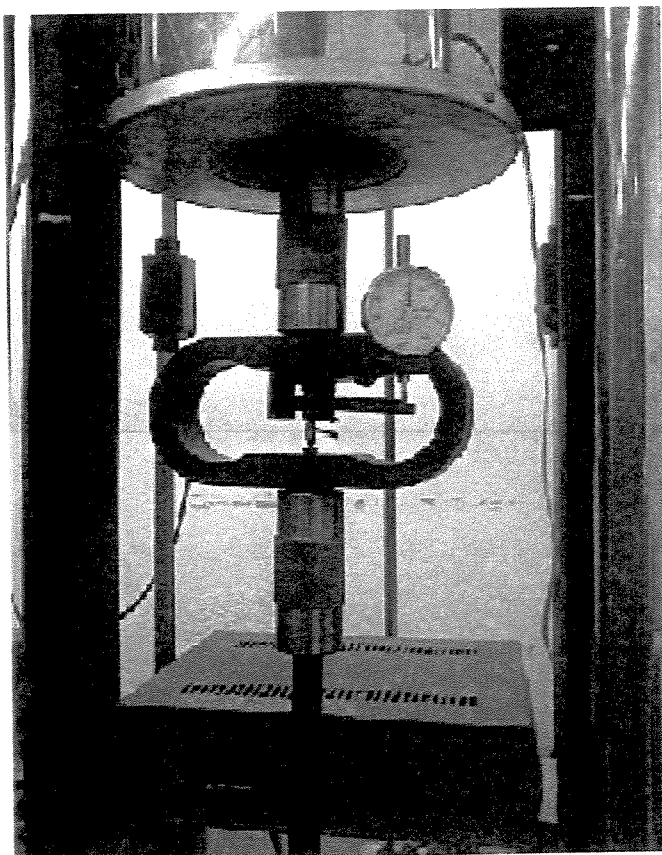
(b) Vista do módulo tipo controlador universal microprocessado para comando de rampas e patamares de temperaturas.

Fig.3.14: Vista das máquinas e instrumentos utilizados para o tratamento de “Step Cooling” com tensão no laboratório da STM, em São Carlos-S.P.

O tensionamento das barras foi feito usando-se de um sistema de aplicação de cargas por meio de alavanca multiplicadora de forças relação 1:10 e pesos, devidamente dimensionados para cada ensaio, conforme mostrado na figura 3.15(a). A calibração do carregamento foi por meio de um dinamômetro conforme mostrado na figura 3.15(b). A tensão utilizada em cada uma das barras, durante a execução do tratamento de “Step Cooling” foi de 138,6 MPa.



(a) Tensionamento das barras por meio de um sistema de alavanca multiplicadora de forças, relação 1:10, e pesos.



(b) Calibração do carregamento por meio de dinamômetro.

Fig.3.15: Sistema de aplicação e aferição de carregamento das máquinas utilizadas no laboratório da STM, em São Carlos-S.P.

A figura 3.16, mostra a curva de um tratamento real de “Step Cooling” com tensão, realizado em uma das barras, com o tempo no eixo das abscissas e a temperatura no eixo das ordenadas.

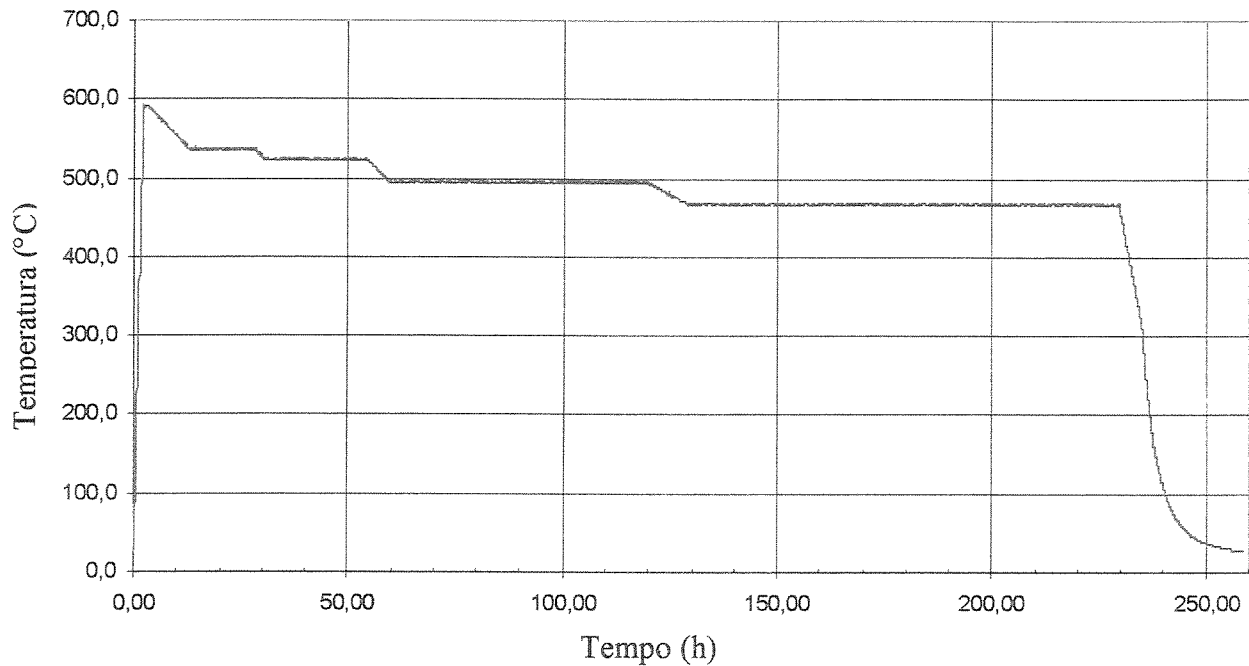


Fig.3.16: Curva real temperatura (°C) x tempo (h) do tratamento de “Step Cooling” com tensão realizado na peça 1G.

11- Preparação para micrografia em cada uma das cinquenta e cinco barras citadas no passo 8, seguida de observação da microestrutura das barras. Esta micrografia permitiu a localização do posicionamento para a traçagem e fresamento do entalhe inicial, que seria seguido de um pico de eletroerosão e da pré-trinca de fadiga, conforme indicado no esquema da figura 3.17. Tentou-se atingir em parte das barras a região de grãos grosseiros da zona afetada pelo calor (GGZAC) e em outra parte a região de grãos finos da zona afetada pelo calor (GFZAC).

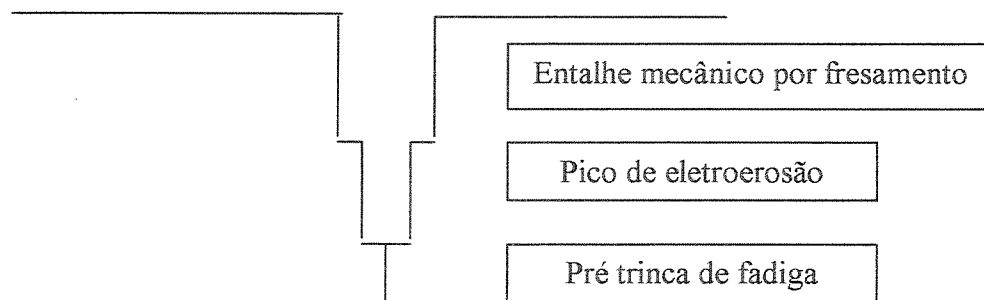


Fig.3.17: Esquema: entalhe mecânico, pico de eletro-erosão, e pré trinca de fadiga.

12- Fresamento do entalhe, pico de eletroerosão e retífica final das barras nas dimensões finais de  $6\pm0,03\text{mm} \times 12\pm0,06\text{mm} \times 54\text{mm}$  dos corpos de prova de CTOD, conforme indicado na figura 3.18 e baseado na norma ASTM E 1290-99 [10]. Foram assim obtidos 55 corpos de prova na junta soldada, 18 para cada uma das três situações de tratamento das juntas e mais um corpo de prova extra para a situação de “Step Cooling” com tensão. Durante o processo de usinagem perderam-se cinco dos corpos de prova que seriam destinados à condição de “Step Cooling” com tensão (1A, 1B, 2B, 2C e 3B), sobrando apenas quatorze para esta situação. Um corpo de prova para a condição sem “Step Cooling”, o identificado como 7C, também foi perdido. Ao todo foram obtidos, portanto, quarenta e nove corpos de prova de CTOD na junta soldada, sendo quatorze com “Step Cooling” com tensão, dezoito com “Step Cooling” sem tensão e dezessete sem “Step Cooling”.

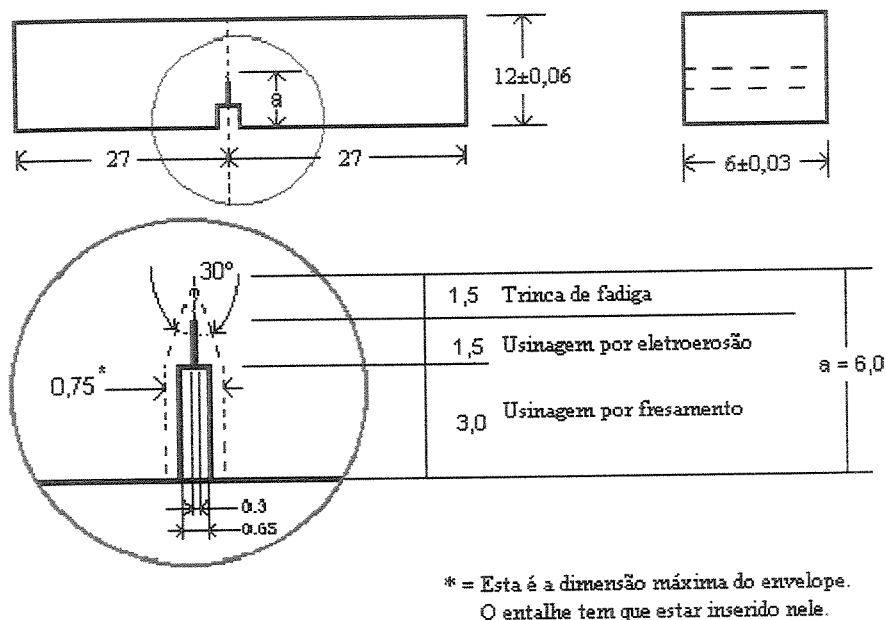


Fig.3.18: Dimensões finais dos corpos de prova de CTOD, conforme norma ASTM E 1290-99 (dimensões em mm).

13- Usinagem de mais seis corpos de prova de CTOD provenientes da peça 2, designados como B1 até B6 e de mais seis corpos de prova provenientes da peça 3, designados como A1 até A6 para ensaios no metal de base com e sem TTAT, respectivamente. Desta maneira, mais doze corpos de prova de CTOD retirados do metal de base nas mesmas dimensões descritas na figura 3.18, foram obtidos.

### 3.4 Metodologia de Abertura da Pré-trinca de Fadiga nos Corpos de Prova de CTOD

Após a usinagem do corpo de prova de CTOD descrita no item anterior, procedeu-se à abertura da pré-trinca de fadiga dos corpos de prova, seguindo-se a norma ASTM E 1290-99 [10]. De acordo com a mesma, o tamanho original da trinca recomendado,  $a_0$ , dos corpos de prova do tipo SE(B) (flexão) deveria ficar na faixa de 0,45W a 0,70W, o que para este trabalho equivale a valores entre 5,4 e 8,4 mm, já que o valor de W é de 12 mm.

Para a obtenção da pré-trinca de fadiga nos corpos de prova de CTOD foram utilizados uma máquina universal de ensaios mecânicos, marca MTS, modelo 810-Test Star II, de 10 ton, localizada no Laboratório de Ensaios Mecânicos da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP e o programa computacional "Test Ware". Toda a fase de abertura de pré-trinca de fadiga foi realizada em sala condicionada, em que o controle de temperatura se manteve entre 23 e 23,5°C. Foi utilizada uma carga cíclica de compressão, com razão de carga 0,1 e carga máxima 220 kgf, em todos os corpos de prova, com exceção dos dois primeiros ensaios do metal de base, com os corpos de prova A1 e A2, em que foram usadas respectivamente cargas de 180 e de 200 kgf e no primeiro ensaio feito na ZAC com "Step Cooling" com tensão (corpo de prova 1C), em que foi usada carga de 200 kgf, quando ainda estava se procurando o valor ideal da carga. Foi utilizada uma frequência de 20 Hertz. Sistemáticamente, pouco antes da pré-trinca atingir o ponto final desejado, a carga máxima utilizada sofreu uma redução de dez por cento até a conclusão do processo de abertura da pré-trinca.

As tabelas 3.3 e 3.4 apresentam os valores das cargas e do número de ciclos necessários para a abertura da pré-trinca de fadiga, respectivamente nos corpos de prova de metal de base e sem "Step Cooling" e nos corpos de prova com "Step Cooling" com e sem tensão. Para o cálculo da média do número de ciclos necessários para a abertura da pré-trinca de fadiga nos corpos de prova foram desconsiderados os valores referentes aos corpos de prova A1, A2 e 1C, por causa do valor diferente da carga utilizada.

Tab.3.3: Cargas utilizadas e número de ciclos necessários para a abertura de pré-trinca de fadiga nos corpos de prova de CTOD em metal de base e nos corpos de prova de CTOD na ZAC sem “Step Cooling”.

METAL DE BASE			ZAC SEM “STEP COOLING”		
CP <sup>(1)</sup>	Carga máxima (kgf)	Número de ciclos (x 10 <sup>3</sup> )	CP	Carga máxima (kgf)	Número de ciclos (x 10 <sup>3</sup> )
A1 <sup>(1)</sup>	180,00	84,2 <sup>(2)</sup>	7A	220,00	54
A2 <sup>(1)</sup>	200,00	89 <sup>(2)</sup>	7B	220,00	55
A3 <sup>(1)</sup>	220,00	56	7C	220,00	46,5
A4 <sup>(1)</sup>	220,00	58	7D	220,00	46
A5 <sup>(1)</sup>	220,00	72	7E	220,00	50
A6 <sup>(1)</sup>	220,00	47	7F	220,00	48
<b>MB sem TTAT</b>		Média = 58 x 10 <sup>3</sup>	8A	220,00	55,5
B1 <sup>(1)</sup>	220,00	59	8B	220,00	50,5
B2 <sup>(1)</sup>	220,00	55	8C	220,00	48,5
B3 <sup>(1)</sup>	220,00	68	8D	220,00	47,5
B4 <sup>(1)</sup>	220,00	48	8E	220,00	48,9
B5 <sup>(1)</sup>	220,00	49	8F	220,00	49,5
B6 <sup>(1)</sup>	220,00	49,5	8F	220,00	49,5
<b>MB com TTAT</b>		Média = 55 x 10 <sup>3</sup>	9A	220,00	48,5
<b>valor médio MB</b>		56 x 10 <sup>3</sup>	9B	220,00	52,5
<p>(1) - Para o metal de base, todo CP que começa com A não sofreu TTAT e todo CP que começa com B sofreu TTAT.</p> <p>(2) - valores desconsiderados na média do número de ciclos por ter-se utilizado valor diferente de carga durante a abertura da pré trinca de fadiga.</p>			9C	220,00	48
			9D	220,00	55,5
			9E	220,00	49
			9F	220,00	38
			<b>ZAC sem “Step Cooling”</b>		Média = 46 x 10 <sup>3</sup>

Tab.3.4: Cargas utilizadas e número de ciclos necessários para a abertura de pré-trinca de fadiga nos corpos de prova de CTOD na ZAC com “Step Cooling” com e sem tensão.

ZAC C/ STEP COOLING COM TENSÃO			ZAC C/ STEP COOLING SEM TENSÃO		
CP	Carga máxima (kgf)	Número de ciclos x 10 <sup>3</sup>	CP	Carga máxima (kgf)	Número de ciclos x 10 <sup>3</sup>
1C	200,00	31 <sup>(1)</sup>	4A	220,00	33,7
1D	220,00	40	4B	220,00	38,6
1E	220,00	34,6	4C	220,00	28,5
1F	220,00	28	4D	220,00	38,35
2A	220,00	30	4E	220,00	41,1
2D	220,00	33	4F	220,00	34,5
2E	220,00	34,3	5A	220,00	29,2
2F	220,00	32,1	5B	220,00	31,3
3A	220,00	33	5C	220,00	41,8
3C	220,00	31,7	5D	220,00	38,85
3D	220,00	32,3	5E	220,00	25,5
3E	220,00	28,1	5F	220,00	40,3
3F	220,00	33,5	6A	220,00	39,2
ZAC c/ S.C. c/ tensão		Média= 32 x 10 <sup>3</sup>	6B	220,00	35,3
(1) - valor desconsiderado na média do número de ciclos por ter-se utilizado valor diferente de carga durante a abertura da pré trinca de fadiga.			6C	220,00	40
			6D	220,00	35
			6E	220,00	36,1
			6F	220,00	33,5
			ZAC c/ S.C. s/ tensão		Média = 36 x 10 <sup>3</sup>

### 3.5 Análise Química

Análise Química inicial foi realizada pelo método de espectrometria de emissão ótica por centelhamento, pela empresa Synesis, no Rio de Janeiro-RJ, nos elementos C, S, P, Mn, Si, Cr, Ni e Mo.

Mais tarde, esta análise inicial foi complementada por uma nova análise pelo método de difração de raios X para obtenção dos valores dos seguintes elementos faltantes: As, Sb, Sn, Cu, Al, V. Esta última etapa foi feita no Laboratório de Caracterização de Materiais do DEMA da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP. Para tal, uma amostra retangular do metal de base foi preparada nas dimensões de 25 x 25 x 8 mm. A mesma foi preparada por lixamento até a granulometria 600 antes da realização da análise.

Partindo-se do princípio de que a composição química da ZAC deveria ser muito próxima à do metal de base e de que em função de suas dimensões reduzidas eram grandes as dificuldades para se obter amostras para tal finalidade, não foi feita análise química na ZAC. Os fatores  $X$  e  $J$ , foram calculados para o metal de base com base nesta análise química, de acordo com as equações 2.1 e 2.2.

### 3.6 Macrografia

Preparação para macrografia foi feita nas seções transversais da junta soldada durante o processo de preparação dos corpos de prova de CTOD. Esta preparação consistiu basicamente de corte das superfícies, lixamento desde a lixa granulometria 80 até a lixa granulometria 600 e ataque com Nital 5%. O objetivo desta preparação foi revelar a posição das diferentes zonas da junta soldada.

Utilizando este método, uma macrografia inicial foi feita em uma das faces da seção transversal da junta soldada na peça principal (identificada como peça 1), logo após o seu corte, conforme descrito no item 3.2 e mostrado na figura 3.5.

O mesmo método foi utilizado, conforme indicado no passo 7 do item 3.3, em cada uma das nove seções transversais retangulares de 132mm x 338mm com 7 mm de espessura retiradas da peça 1, para verificação das regiões de melhor linearidade e retirada das barras que dariam origem aos corpos de prova de CTOD.

### **3.7 Análise Metalográfica - Microscopia Ótica (MO)**

Excetuando-se os doze corpos de prova retirados de metal de base, em todos os outros corpos de prova de CTOD, retirados da junta soldada, foi necessário fazer uma análise micrográfica na região da ZAC, conforme descrito no passo 11 do item 3.3. O objetivo desta micrografia individual foi permitir direcionar a localização do posicionamento da pré-trinca de fadiga, conforme descrito anteriormente.

A preparação para microscopia consistiu basicamente de corte das barras, lixamento com diferentes granulometrias e polimento final com alumina, através de ferramenta pneumática portátil, na região da ZAC, seguido de ataque com Nital 3%. Esta preparação foi feita no laboratório de metalografia da PETROBRAS/ENGENHARIA/SL/SEQUI-SP.

Através de observação microscópica em microscópio Olympus, modelo CX40, também no laboratório do SEQUI-SP, foram localizadas individualmente a região de grãos grosseiros (GGZAC) e a região de grãos finos da zona afetada pelo calor (GFZAC) em cada barra. Foi necessário utilizar grafite de 0,5 mm de diâmetro, com a ponta “afinada” através de lixamento, para poder fazer um risco sobre a superfície preparada que cortasse a ZAC de maneira paralela à direção de “W”. Em seguida, cada barra foi verificada novamente no microscópio e confirmado se o risco de grafite atingiu ou não a região pretendida. Em caso de erro, utilizou-se álcool para apagar o risco e repetir o processo.

Alguns destes futuros corpos de prova de CTOD foram fotografados através de câmera digital Olympus, modelo DP-10, acoplada ao mesmo microscópio.

Após os ensaios de CTOD retirados da junta soldada, foi necessário identificar a região realmente atingida pela ponta da pré-trinca de fadiga, conforme metodologia da API RP 2Z [2], ilustrada na figura 2.19. A preparação para observação em microscópio foi feita sempre utilizando a metade oriunda do lado da solda, do corpo de prova de CTOD rompido, ensaiado sobre a ZAC. Isto foi feito em função da maior facilidade observada de identificar que se passou pela região de grãos grosseiros e se atingiu a região de grãos finos do que o contrário. Em caso de dúvida, a metade oposta do corpo de prova foi também observada.

Além do corte das amostras conforme a sistemática da API RP 2Z [2], foram feitos embutimento, lixamento com diferentes granulometrias e polimento final com pasta de diamante, seguido de ataque com Nital 2%. Esta preparação foi feita nos laboratórios de metalografia da PETROBRAS/ENGENHARIA/SL/SEQUI-SP e da PETROBRAS/CENPES/PDEP/TMEC. A observação das amostras foi feita na PETROBRAS/CENPES/PDEP/TMEC, utilizando-se além de microscópio Olympus BX60M, de uma câmara digital SV Micro da Sound Vision (USA) e do programa computacional "Image Pro-Plus". Todas as amostras dos corpos de prova de ZAC de junta soldada foram verificadas quanto à sua granulometria e registrados por fotografia digital com a referida câmara. Utilizando-se o programa computacional citado, foi feita uma contagem do tamanho médio de grão na região cortada pela ponta da trinca, em cada amostra. A contagem foi feita por meio da medida, pelo programa, do comprimento equivalente a dez grãos contínuos e dividindo-se a medida em  $\mu\text{m}$  por dez. Para cada amostra foram feitas de quatro a cinco medidas, e retirado o valor médio da granulometria. Em seguida, foi feita a correlação do diâmetro médio encontrado de cada amostra com o tamanho de grão número G equivalente da tabela 4 da ASTM E 112-96 [15]. Foi convencionado, a partir das observações feitas na evolução do tamanho de grãos da ZAC, ao longo da sua extensão, como sendo de microestrutura de grãos grosseiros todas as amostras que apresentaram regiões com tamanho de grão médio equivalente ao número G da ASTM  $\leq 10,5$ . Foi convencionado, da mesma maneira, como de microestrutura de grãos finos todas as amostras que apresentaram regiões com tamanho de grão médio equivalente ao número G da ASTM  $\geq 11,0$ . Na amostra 1G, que só foi preparada após o retorno do CENPES, a microestrutura só foi observada, sem nenhuma medição.

Estas amostras também foram observadas e registradas no laboratório de microscopia ótica do DEMA da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP, através do banco metalográfico da Carl Zeiss, modelo NEOPHOT 32, de câmera digital colorida marca JVC, modelo TK1280U acoplada a ele e de programa computacional CQ500 da Leika.

### **3.8 Ensaios de Dureza**

Ensaios de dureza foram realizados com a finalidade de se obter mais dados para a avaliação da eficácia dos tratamentos térmicos de “Step Cooling” com e sem tensão, realizados nos corpos de prova de CTOD. Estes ensaios foram realizados no durômetro de medição de durezas Vickers e Brinell da Heckert WPM, modelo HPO 250, no Laboratório de Caracterização de Materiais do DEMA da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP.

Como inicialmente só estavam previstos ensaios de dureza no metal de solda e no metal de base, já que indentações sobre a região da ZAC poderiam interferir nos ensaios de CTOD por ser a região de propagação da trinca, foi escolhido o método Brinell, com carga de 62,5 kgf, esfera de 2,5 mm de diâmetro e tempo de aplicação da carga de 15 segundos. Estes ensaios foram todos realizados em corpos de provas “rompidos”, seja na região do metal de solda, seja na região do metal de base dos mesmos. Macrografia, com ataque de Nital 5 % se fez necessária, para a identificação das regiões da junta soldada. A identificação tomada para os corpos de prova de CTOD foi mantida nas medições de dureza, tomando-se nota de qual região da junta soldada foi ensaiada.

Para cada corpo de prova e cada região de junta soldada ensaiados por dureza foram sempre feitas três medidas, e em seguida retirada a média das três medidas. De tal maneira foram ensaiados por dureza seis corpos de prova de metal de base, sendo três deles sem TTAT (A1, A2 e A3) e os outros três com TTAT (B1, B2 e B3) e seis corpos de prova sem “Step Cooling” tanto na região do metal de base quanto na região do metal de solda. Os valores até aí encontrados mostraram um desvio padrão pequeno e em função disto na fase final foram ensaiados apenas mais três corpos de prova com “Step Cooling” com tensão nas regiões do metal de base e do metal de solda e mais três corpos de prova com “Step Cooling” sem tensão, também nas regiões

do metal de base e do metal de solda. As indentações de dureza assim realizadas, tanto no metal de base quanto no metal de solda da junta soldada ficaram sempre a no máximo 15 mm da ZAC.

Em função da perda de alguns corpos de prova para o ensaio de CTOD devido à falha na usinagem, foram possíveis de serem realizados ensaios de dureza apenas na ZAC de corpos de prova com “Step Cooling” com tensão e na ZAC de corpos de prova sem “Step Cooling”. Além do corpo de prova 7C, barras identificadas como 7G, 8G e 9G (sem “Step Cooling”) retiradas respectivamente das seções 7, 8 e 9 nas regiões centrais da junta soldada (tal como o corpo de prova 1G) onde aconteceu a goivagem dos passes de eletrodo revestidos, puderam ser ensaiadas. Apesar da relativa falta de linearidade da ZAC nestas regiões, o que implicou na não retirada de corpos de prova de CTOD, não havia restrições para ensaios de dureza. Também foram realizados ensaios de dureza na ZAC de três corpos de prova com “Step Cooling” com tensão, não ensaiados por CTOD, identificados como 1A, 1B e 2B. Todos os ensaios de dureza nas regiões da ZAC foram realizados pelo método Vickers, com carga de 5 kgf durante 15 segundos. A seleção deste método e desta carga foi em função das dimensões reduzidas da ZAC.

### **3.9 Ensaios de Tração**

Ensaios de tração foram realizados no metal de base e na junta soldada. Os ensaios foram realizados na empresa TORK, na cidade de São Paulo-SP.

Foram realizados quatro ensaios de tração no metal de base, tendo sido retirados dois corpos de prova de material com TTAT (peça 2) e mais dois corpos de prova de material sem TTAT (peça 3). As dimensões de usinagem e os procedimentos para realização destes quatro ensaios obedeceram à norma ASTM A 370-97a [14] (comprimento inicial da parte útil entre marcas  $L_0 = 50$  mm e diâmetro da parte útil = 12,7 mm). Os ensaios foram realizados na máquina universal de ensaios WPM, série 283/40, identificação Tork 1041, escala 20 T, data de calibração 28/02/2002, certificado da Rede Brasileira de Calibração RBC/ITM RF00702 através do procedimento Tork P-101. Foram realizados mais três ensaios de tração transversal na junta soldada. Os corpos de prova foram extraídos a um quarto da espessura, de ambos os lados e a meia espessura. As dimensões de usinagem dos corpos de prova e os procedimentos para

realização destes três ensaios também obedeceram à norma ASTM A 370-97a [14]. Os ensaios foram realizados na mesma máquina citada no parágrafo anterior e na máquina universal de ensaios Wolpert/Amsler, série 1018, identificação Tork 1006, escala 12 T, data de calibração 06/06/2002, certificado da Rede Brasileira de Calibração (RBC) Dinatest – 273C/02, por meio do procedimento Tork P-101.

Tanto para metal de base quanto para junta soldada, todos os corpos de prova utilizados nos ensaios de tração foram retirados com o comprimento do CP na direção N, conforme a nomenclatura da norma BSI 7448: part 2: 1997 [21], indicada nas figuras 2.18 e 3.9.

As curvas de cada ensaio foram fornecidas e por meio da inclinação das mesmas na região de comportamento elástico linear foram retirados os valores do módulo de elasticidade, ou módulo de Young. Pela média dos valores do limite de escoamento e do módulo de elasticidade dos sete ensaios foram retirados os valores padrões, respectivamente para o limite de escoamento e para o módulo de elasticidade utilizados no cálculo do valor de CTOD mostrado no item 3.10.

### **3.10 Metodologia de Realização dos Ensaios de CTOD, Medição de $a_0$ e Cálculo do Valor de CTOD**

A realização dos ensaios de CTOD se baseou na norma ASTM E 1290-99 [10]. Foram utilizados a mesma Máquina Universal de Ensaios Mecânicos MTS e o mesmo programa computacional citados no item 3.4. Como na fase de abertura de pré-trinca de fadiga, os ensaios foram realizados em sala condicionada, com controle de temperatura entre 23 e 23,5°C.

Antes da realização de cada ensaio, os valores da largura (W) e da espessura (B) do respectivo corpo de prova a ser ensaiado foram medidos individualmente, com paquímetro, nas proximidades da trinca, conforme instrução da norma mencionada. Durante a realização dos ensaios, o valor da força aplicada pelo atuador sobre os corpos de prova, em Newtons, foi medido através de célula de carga. Um “clip gage” da marca MTS, modelo M32.02C-20, foi colocado na boca da trinca através de um dispositivo do tipo “rabo de andorinha” parafusado nos

corpos de prova, conforme previsto na ASTM E 1290-99. A abertura inicial do “clip gage” utilizado foi de 5 mm e a faixa de medição foi de 3 mm.

A velocidade de aplicação da carga durante os ensaios de CTOD foi calculada de maneira a respeitar as normas ASTM E 399-90 [7] e ASTM E 1290-99 [10], onde são estabelecidos os valores mínimos e máximos da taxa de carregamento do ensaio de CTOD. Através dela chegou-se a um incremento mínimo da força  $\Delta P_{Qmin}$  igual a 34 N/s e a um incremento máximo  $\Delta P_{Qmax}$  igual a 170 N/s. A taxa de variação do fator de intensidade de tensão foi de  $0,55 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$  a  $2,75 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}/\text{s}$ . Desta maneira, como o controle dos ensaios de CTOD é feito em função do avanço do atuador, esta velocidade foi fixada em 0,01 mm/seg ou 0,6 mm/min para todos os ensaios. Durante os ensaios, em intervalos sucessivos de 0,5 segundo, os valores da força aplicada sobre o corpo de prova de CTOD, da abertura da boca da trinca medida pelo “clip gage” e do deslocamento do atuador, foram adquiridos e armazenados pelo programa computacional “Test Ware”. A figura 3.19 mostra o critério para obtenção de  $V_p$  (componente plástica da abertura do “clip gage”) conforme a norma ASTM E 1290-99, que foi utilizado neste trabalho e correspondente a  $V_m$  no caso do material ensaiado (CTOD<sub>m</sub>).

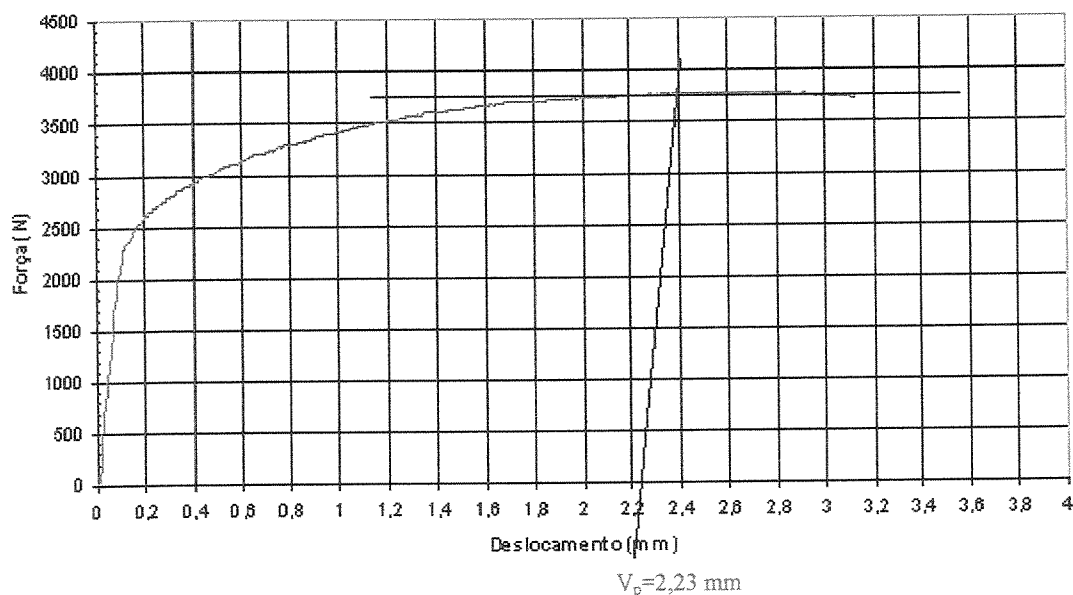


Fig.3.19: Curva do ensaio de CTOD, neste caso referente à amostra 4A, com  $V_p$  indicado por meio do cruzamento da linha paralela à inclinação inicial do ensaio e que corta a carga máxima com o eixo das abscissas.

Durante a realização dos ensaios, por uma falha na aquisição de dados, em alguns dos ensaios de CTOD com “Step Cooling” com e sem tensão, não foi feita a aquisição dos valores da abertura do “clip gage”. Por meio de seis ensaios em que haviam sido feitas as aquisições tanto dos valores da abertura do “clip gage”, quanto dos valores do deslocamento do atuador, foi feita individualmente, em cada um dos seis ensaios, uma correlação entre as duas curvas, dividindo-se ponto a ponto o valor do deslocamento do atuador pelo valor da abertura do “clip gage”. Foi então, ponto a ponto, feita a média das correlações dos seis ensaios em um outro arquivo denominado “correlação”. Este arquivo foi utilizado para que, nos ensaios em que os valores da abertura do “clip gage” se perderam, os valores do deslocamento do atuador fossem multiplicados pela “correlação” final assim obtida, obtendo-se assim os valores ajustados por correlação da abertura do “clip gage”. Por meio então destes valores ajustados da abertura do “clip gage” foram traçados os gráficos de CTOD para os ensaios em que os valores experimentais de abertura do “clip gage” foram perdidos.

Tal “correlação” se mostrou muito eficaz, neste caso e o erro induzido no processo em função da substituição dos valores experimentais da abertura do “clip gage” pelos valores ajustados por correlação da abertura do “clip gage”, foi seguramente desprezível.

A figura 3.20 mostra, traçadas em um mesmo gráfico para efeito de comparação, as curvas com o deslocamento obtido experimentalmente e com o deslocamento ajustado por correlação do ensaio realizado com a amostra 2F (com “Step Cooling” com tensão). Pode-se observar que as duas curvas são praticamente coincidentes. Para a obtenção do valor de  $V_p$  referente a cada uma das duas curvas, os resultados também são praticamente coincidentes, não implicando, portanto, em perda de qualidade dos dados no caso dos ensaios em que a única opção foi utilizar os valores do deslocamento do “clip gage” através dos valores ajustados pela “correlação”.

Após a realização dos ensaios de CTOD, os corpos de prova foram resfriados por imersão em banho de nitrogênio líquido para concluir a ruptura do plano da trinca dos mesmos. Um dos lados da superfície fraturada de cada CP foi visualizado em um projetor e analisador de perfis, composto de uma câmara projetora Leika (Helmut Hund GmbH - Alemanha) acoplada a um

microcomputador com programa de aquisição e análise de imagens “Global Lab Image”, instalado no Laboratório de Usinagem da UNICAMP/FEM/DEF. A figura 3.21 ilustra o perfil projetado do plano da trinca do corpo de prova de CTOD 9F.

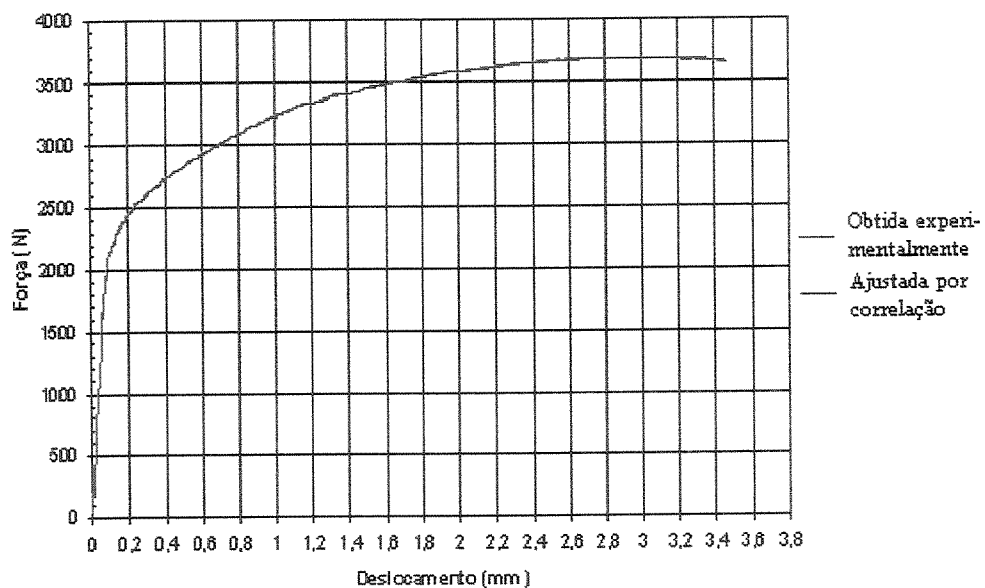


Fig. 3.20: Curvas obtidas por meio do deslocamento do “clip gage” e por meio de correlação obtida do deslocamento do pistão, referente ao ensaio realizado com a amostra 2F.

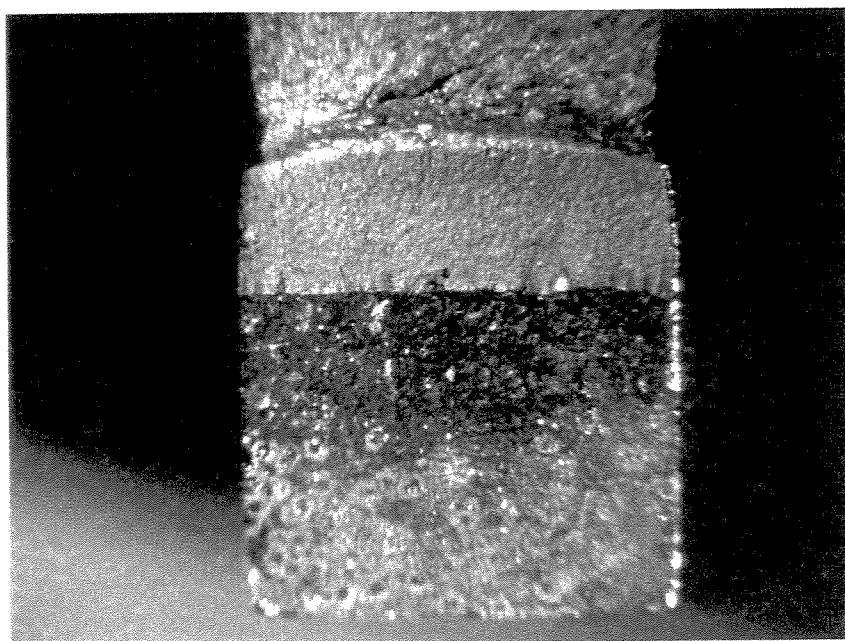


Fig.3.21: Perfil projetado do plano da trinca. Corpo de prova 9F.

Após a projeção do perfil com a imagem da superfície fraturada e da regulação do foco, uma rede reticular, graduada de um em um mm, foi colocada em cima da superfície da fratura, para que se procedesse à calibração do equipamento. Em cada corpo de prova foram feitas nove medições do valor de  $a_0$ , igualmente espaçadas, e obtido o valor médio de  $a_0$ , conforme norma ASTM E-1290-99 [10].

Os valores do limite de escoamento ( $\sigma_{YS}$ ) e do módulo de elasticidade (E) deste material foram obtidos através da realização de quatro ensaios de tração no material de base, mais três ensaios de tração transversal na junta soldada conforme descrito no item 3.9. Após a obtenção de todos os valores, o parâmetro final de tenacidade à fratura, CTOD<sub>m</sub> ou  $\delta_m$ , foi calculado individualmente para cada um dos sessenta e um ensaios válidos através da equação (3.1), conforme norma ASTM E-1290-99 [10].

$$\delta_m = \frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_e E} + r_p \frac{(W - a_0)V_p}{[r_p(W - a_0) + a_0 + z]} \quad (3.1)$$

onde:

$$K = \frac{YP}{BW^{1/2}}$$

$$Y = \frac{6(a_0/W)^{1/2}\{1,99 - a_0/W[1 - a_0/W][2,15 - 3,93a_0/W + 2,7(a_0/W)^2]\}}{(1 + 2a_0/W)(1 - a_0/W)^{3/2}}$$

e:

Na fórmula acima temos:

$\delta_m$  = CTOD<sub>m</sub> – valor do CTOD na máxima carga

P = carga máxima no ensaio de CTOD

$\sigma_e$  = limite de escoamento do material, na temperatura do ensaio

E = módulo de elasticidade ou módulo de Young do material, na temperatura do ensaio

$a_0$  = tamanho inicial da trinca

$W$  = largura do corpo de prova, medida próximo à região da trinca

$B$  = espessura do corpo de prova, medida próximo à região da trinca

$\nu$  = coeficiente de Poisson

$V_p$  = componente plástico do deslocamento da abertura do clip gage

$z$  = distância do ponto de tomada das medidas do “clip gage” no rabo de andorinha até a superfície no final do entalhe

$r_p$  = fator de rotação plástica = 0,44

Além do  $CTOD_m$ , foi determinado o valor de  $K_Q$ , de acordo com a ASTM E-1290-99[10], utilizando-se a carga máxima do ensaio de CTOD ( $P$ ) conforme indicado na equação (3.1) para o cálculo de  $K$  e atribuindo-se o valor encontrado de  $K$  para  $K_Q$ .

### 3.11 Análise Fractográfica

Foi efetuada análise, observação e registro nas amostras através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), com o objetivo de auxiliar na caracterização das fraturas ocorridas nos corpos de prova ensaiados. Este trabalho foi realizado através do MEV marca JEOL, modelo JXA-840A, com aceleração de 20kV, no laboratório de microscopia eletrônica do DEMA da Faculdade de Engenharia Mecânica da UNICAMP.

Foram analisadas as seguintes regiões: região da pré-trinca de fadiga, região de crescimento estável da trinca (durante o ensaio de CTOD), região de fratura frágil (resfriada com nitrogênio líquido), além de uma vista geral do plano da trinca.

Foram feitos análise e registro de corpos de prova rompidos na ZAC em regiões de grãos grosseiros e de corpos de prova rompidos na ZAC em regiões de grãos finos, tanto em amostras que sofreram tratamento de “Step Cooling” com tensão, quanto em amostras que sofreram tratamento de “Step Cooling” sem tensão. Amostras de CPs de MB e de CPs rompidos na ZAC sem “Step Cooling” foram apenas analisadas, sem registro.

## Capítulo 4

### Resultados e Discussão

#### 4.1 Análise Química

Os resultados da análise química realizada neste trabalho e os valores mínimos e máximos apresentados no certificado da siderúrgica (conforme Souza [45]) e das análises das chapas analisadas por Paulo [39] encontram-se na tabela 4.1.

Tab.4.1: Resultados da análise química no metal de base (teores expressos em % em peso)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	V	Sn	As	Sb	Ref.
0,14	0,10	0,57	0,008	0,001	2,45	0,12	1,00	0,052	0,033	0,005	<sup>(1)</sup>	0,006	<sup>(1)</sup>	a
0,135	0,185	0,570	0,0044	0,0018	2,190	0,113	1,005	0,047	0,008	0,001	0,003	0,006	0,0011	45 <sup>(2)</sup>
0,148	0,200	0,579	0,0044	0,0028	2,240	0,116	1,087	0,050	0,009	0,001	0,003	0,006	0,0013	45 <sup>(3)</sup>
0,130	0,125	0,455	0,003	0,0015	2,200	0,055	0,980	0,030	0,010	<0,002	0,005	0,008	0,001	39 <sup>(2)</sup>
0,145	0,150	0,550	0,006	0,004	2,250	0,125	1,030	0,080	0,012	0,003	0,010	0,012	0,0015	39 <sup>(3)</sup>

a – análise da Synesis complementada por Unicamp.

<sup>(1)</sup> - não detectado; <sup>(2)</sup> - valores mínimos dos certificados [45] e das chapas de Paulo [39]; <sup>(3)</sup> - valores máximos dos certificados [45] e das chapas de Paulo [39].

A partir dos valores da tabela 4.1 e das equações (2.1) e (2.2) foram calculados os fatores  $J$  e  $X$  para a análise feita neste trabalho. Estes valores, os valores apresentados por Souza da siderúrgica “Creusot Loire” [45] em seu trabalho e os valores apresentados por Paulo [39] (os valores mínimos e máximos dos fatores para as várias chapas de seu trabalho) estão apresentados na tabela 4.2.

Tab.4.2: Fatores  $X$  e  $J$  conforme análise química

Região	Fator $X$	Fator $J$	Referência
Metal de Base	8,6	53,6	a
Metal de Base	7	56	45 <sup>(1)</sup>
Metal de Base	8	58	45 <sup>(2)</sup>
Metal de Base	8	66	39 <sup>(1)</sup>
Metal de Base	10	83	39 <sup>(2)</sup>

a – análise da Synesis complementada por Unicamp; b – análise da Tork.

(<sup>1</sup>) - valores mínimos dos certificados [45] e das chapas de Paulo [39]; (<sup>2</sup>) - valores máximos dos certificados [45] e das chapas de Paulo [39].

#### 4.2 Análise Química - Discussão

Os valores encontrados pelas análises químicas deste trabalho e apresentados na tabela 4.1 mostram que a composição química dos elementos individuais do metal de base se encontra dentro dos limites estabelecidos na norma ASTM A 387/ A 387M-99 [7] para o material grau 22, classe 2, conforme tabela 2.1. Comparando-se as várias análises mostradas na tabela 4.1 não são encontradas grandes discrepâncias. Os valores dos fatores  $X$  e  $J$  referentes à análise química deste trabalho, apresentados na tabela 4.2 se encontram abaixo dos requisitos de norma citados na tabela 2.1 e bem próximos dos valores apresentados pelo certificado da siderúrgica “Creusot Loire” mostrados por Souza [45] em seu trabalho e dos valores apresentados por Paulo [39], que fez análise química nas chapas dos reatores da RPBC, em seu trabalho, conforme mostrado na tabela 4.2.

#### 4.3 Resultados e Discussão da Análise Metalográfica - Microscopia Ótica (MO)

Uma foto do corpo de prova de CTOD 7C, sem “Step Cooling”, não rompido, é apresentada na figura 4.1. A foto apresenta o corpo de prova na região da trinca, mostrando desde a ponta do pico de eletroerosão, até a ponta da pré-trinca de fadiga. Neste aumento pode-se observar claramente as várias regiões da junta soldada. Começando à esquerda pelo metal de base, caminhando-se para a direita pode-se observar o início da GFZAC. Mais para a direita a granulometria vai gradativamente aumentando até se atingir a GGZAC. A pré-trinca de fadiga percorre esta região. Um pouco mais para a direita chega-se até a linha de fusão e finalmente à região do metal de solda.

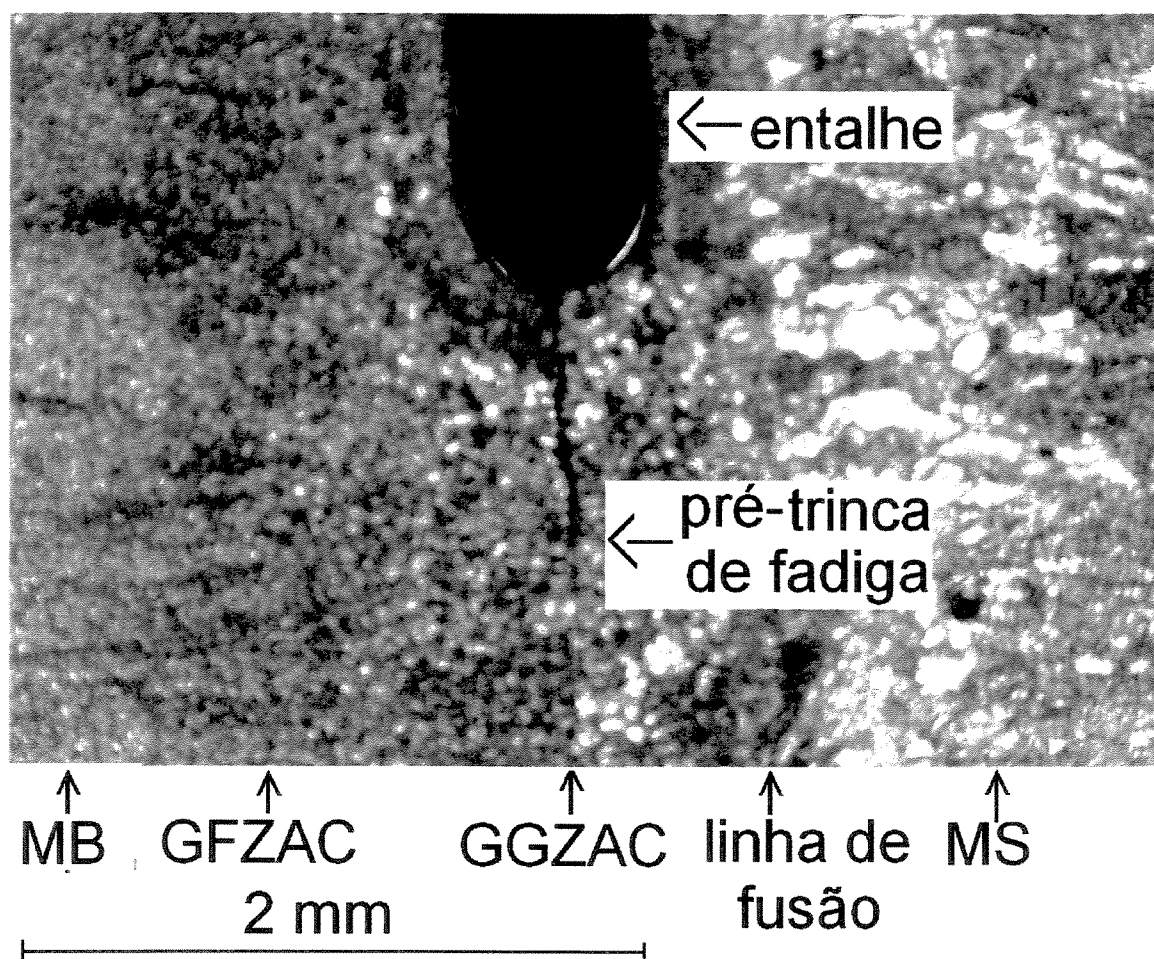


Fig.4.1: Corpo de prova 7C. Detalhe da região atravessada pela pré-trinca de fadiga e as diferentes regiões da junta soldada. Nital 3%.

A figura 4.2 mostra no detalhe a região da pré-trinca de fadiga no mesmo corpo de prova. Durante a análise, foi possível observar que a pré-trinca de fadiga foi predominantemente transgranular.

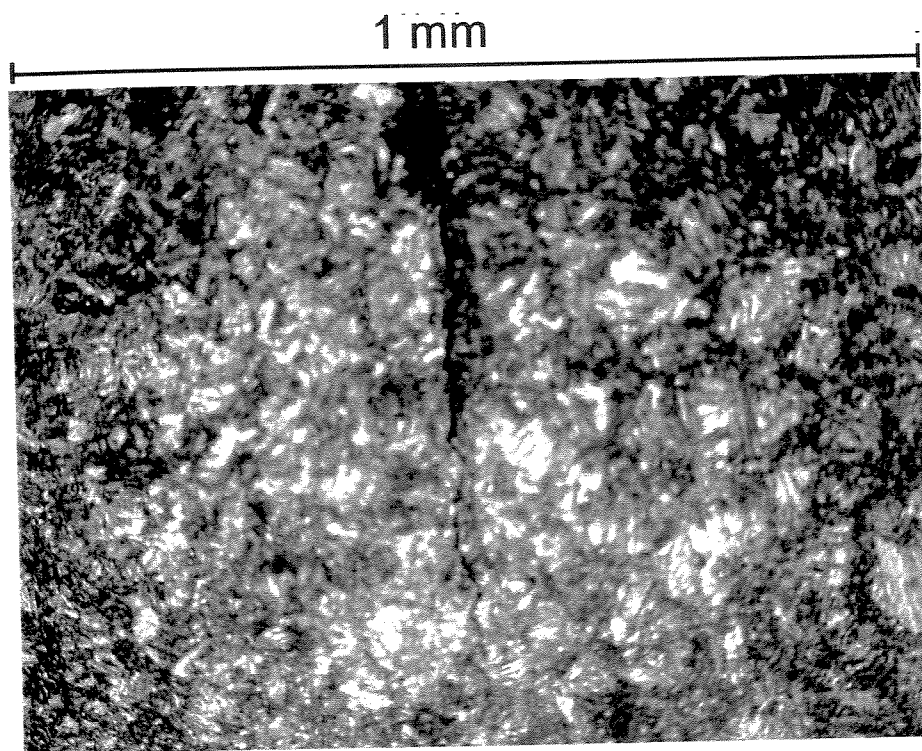


Fig.4.2: Detalhe da pré-trinca de fadiga na amostra 7C. Nital 3%.

A figura 4.3 mostra um exemplo de registro de microestrutura varrida pela ponta da pré-trinca de fadiga, após o uso da metodologia da API RP 2Z [2]. Esta figura apresenta uma amostra do corpo de prova 1D, que foi tratado por “Step Cooling” com tensão. A pré-trinca de fadiga desta amostra atravessou a GFZAC. À direita desta região observa-se a GGZAC e mais à direita observa-se a linha de fusão e em seguida a região do metal de solda.

A figura 4.4 mostra o mesmo que a figura 4.3, em uma amostra do corpo de prova 4A, que foi tratado por “Step Cooling” sem tensão. A pré-trinca de fadiga desta amostra atravessou uma região de grãos finos. À direita desta região, observa-se a região de grãos grosseiros e a seguir o metal de solda.

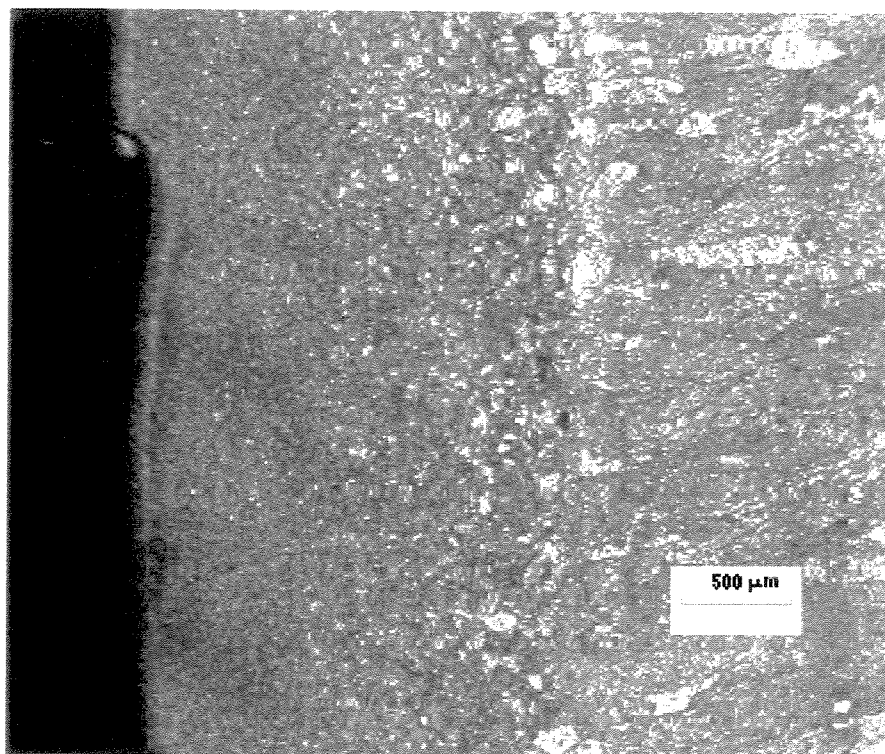


Fig.4.3: Microestrutura do corpo de prova 1D, da ponta da pré-trinca de fadiga em direção ao metal de solda. Amostra retirada conforme figura 2.19 e API RP 2Z [2]. Nital 2%.

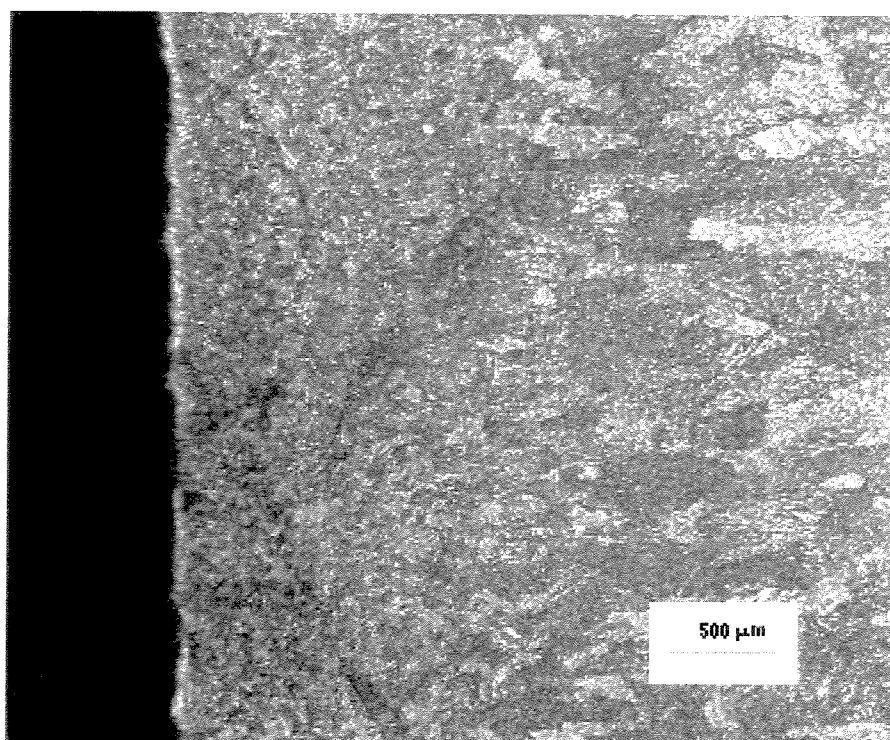


Fig.4.4: Microestrutura do corpo de prova 4A, da ponta da pré-trinca de fadiga em direção ao metal de solda. Amostra retirada conforme figura 2.19 e API RP 2Z [2]. Nital 2%.

Os resultados da avaliação da microestrutura na região da ponta da trinca, conforme metodologia descrita no item 3.7, estão nas tabelas 4.3, 4.4 e 4.5.

Tab.4.3: Tipo de microestrutura de CPs sem “Step Cooling”

C.P.	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Medida 4	Medida 5	Compr. de 10 grãos contínuos ( $\mu\text{m}$ ) <sup>(1)</sup>	Microestrutura <sup>(2)</sup>	Diam.médio 1 grão ( $\mu\text{m}$ )	Tamanho G ASTM
7A	80	54,8	65,7	71		68	GFZAC	6,8	11,5
7B	139	134	143	176	161	151	GGZAC	15,1	9,0
7D	62	67	59	49	53	58	GFZAC	5,8	12,0
7E	99,7	102	94	129,3		106	GGZAC	10,6	10,0
7F	77	97	83	74	68	80	GFZAC	8,0	11,0
8A	89	77	78	68	49	72	GFZAC	7,2	11,5
8B	100	106	114	92	99,7	102	GGZAC	10,2	10,5
8C	82	75	75	74	71	75	GFZAC	7,5	11,0
8D	95	96	84	76		87	GFZAC	9,0	11,0
8E	174	142	146	177	174	163	GGZAC	16,3	9,0
8F	129	95	111	84	77	99	GGZAC	9,9	10,5
9A	96	74	74	58	65	73	GFZAC	7,3	11,0
9B	92	71	67	75	74	76	GFZAC	7,6	11,0
9C	61	51	50	38	50	50	GFZAC	5,0	12,5
9D	80	67	82	68	60	71	GFZAC	7,1	11,5
9E	133	169	198	152	173	165	GGZAC	16,5	9,0
9F	106	76	83	71	67	81	GFZAC	8,1	11,0

<sup>(1)</sup> Conforme metodologia descrita no item 3.7

<sup>(2)</sup> GFZAC = região de grãos finos da ZAC e GGZAC = região de grãos grosseiros da ZAC

Tab.4.4: Tipo de microestrutura de CPs com “Step Cooling” sem tensão

C.P.	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Medida 4	Medida 5	Compr. de 10 grãos contínuos ( $\mu\text{m}$ ) <sup>(1)</sup>	Microestrutura <sup>(2)</sup>	Compr.médio 1 grão ( $\mu\text{m}$ )	Tamanho G ASTM
4A	96	77	85	81	77	83	GFZAC	8,3	11,0
4B	95	80	83	45	47	70	GFZAC	7,0	11,5
4C	156	187	183	135	153	163	GGZAC	16,3	9,0
4D	140	104,6	82,2	95,9		106	GGZAC	10,6	10,0
4E	66	68	86,6	69	86	75	GFZAC	7,5	11,0
4F	116	93	72,3			94	GGZAC	9,4	10,5
5A	80	93	74,5	87,6	83	84	GFZAC	8,4	11,0
5B	57	69	68	75,6	69,1	68	GFZAC	6,8	11,5
5C	84,4	84,4	84,4	62,4	67,9	77	GFZAC	7,7	11,0
5D	95	81	69	93	82	84	GFZAC	8,4	11,0
5E	120	102	106	135		116	GGZAC	11,6	10,0
5F	127	111	96	102		109	GGZAC	10,9	10,0
6A	126	112	104	142	116	120	GGZAC	12,0	10,0
6B	43,8	55,9	48,2	44,9	42,7	47	GFZAC	4,7	12,5
6C	82	98	85	78	87	86	GFZAC	8,6	11,0
6D	51,5	37,3	50,4	59,2	44,9	49	GFZAC	4,9	12,5
6E	43,8	50,4	47,1	36,2	44,9	44	GFZAC	4,4	12,5
6F	104	86	94	96		95	GGZAC	9,5	10,5

<sup>(1)</sup> Conforme metodologia descrita no item 3.7

<sup>(2)</sup> GFZAC = região de grãos finos da ZAC e GGZAC = região de grãos grosseiros da ZAC

Tab.4.5: Tipo de microestrutura de CPs com “Step Cooling” com tensão

C.P.	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Medida 4	Medida 5	Compr. de 10 grãos contínuos (μm) <sup>(1)</sup>	Microes- trutura <sup>(2)</sup>	Compr.médio 1 grão (μm)	Tamanho G ASTM
1C	118	90	86	79		93	GGZAC	9,3	10,5
1D	95	58	54,7	61,4	51,3	64	GFZAC	6,4	11,5
1E	162	201	200	196	135	179	MS+ GGZAC	17,9	8,5
1F	80	83	86	99	107	91	GGZAC	9,1	10,5
2A	29	41	44	36	48	40	GFZAC	4,0	13,0
2D	179	206	165	186	146	176	MS	17,6	8,5
2E	154	167	172	115	121	146	MS	14,6	9,5
2F	100,8	100,7	118,3	113,9	75,3	102	GGZAC	10,2	10,5
3A	57	57	39	49	42	49	GFZAC	4,9	12,5
3C	69	70	69	88	47	69	GFZAC	6,9	11,5
3D	57	52,6	55,9	48,2	55,9	54	GFZAC	5,4	12,0
3E	95	83	109	94	105	97	GGZAC	9,7	10,5
3F	93,7	103,6	126,6			108	GGZAC	10,8	10,0
1G	Sem medições						GFZAC	-	-

<sup>(1)</sup> Conforme metodologia descrita no item 3.7

<sup>(2)</sup> GFZAC = região de grãos finos da ZAC; GGZAC = região de grãos grosseiros da ZAC e MS = metal de solda

A figura 4.5 mostra uma comparação entre as microestruturas típicas das regiões de grãos finos da zona afetada pelo calor (GFZAC).

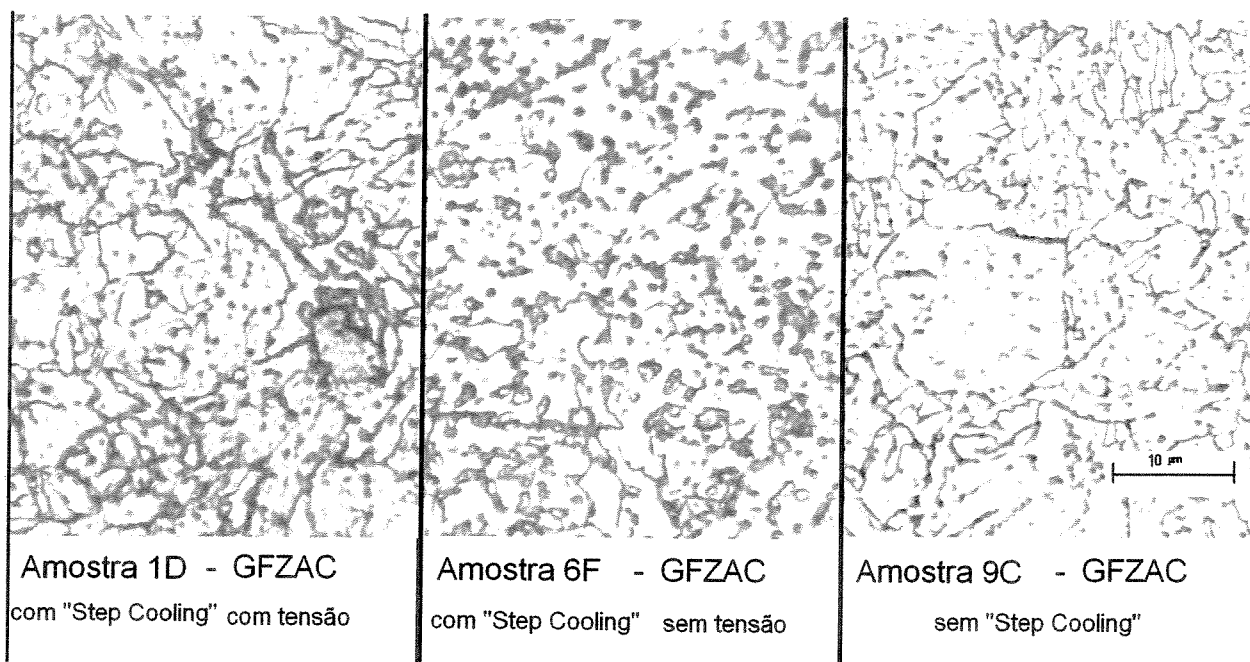


Fig.4.5: Microestruturas da GFZAC das três condições de tratamento. Nital 2%.

Foram colocadas lado a lado as microestruturas observadas nas três condições de tratamento diferentes: com “Step Cooling” com tensão, com “Step Cooling” sem tensão e sem “Step Cooling”. Referem-se respectivamente às amostras 1F, 6F e 9C. Pode-se observar o crescimento dos carbeto tanto na matriz quanto intergranularmente, na microestrutura de grãos finos da ZAC, conforme já havia sido mostrado por Kessler [32] e Paulo [39] em trabalhos anteriores, após o tratamento de “Step Cooling” com e sem tensão.

A figura 4.6 mostra a comparação entre as microestruturas típicas das regiões de grãos grosseiros da zona afetada pelo calor (GGZAC). Foram colocadas lado a lado as microestruturas observadas nas três condições de tratamento diferentes: com “Step Cooling” com tensão, com “Step Cooling” sem tensão, sem “Step Cooling”. Referem-se respectivamente às amostras 1F, 6F e 9C.

Mais uma vez observa-se o crescimento dos carbeto tanto na matriz quanto intergranularmente, agora na microestrutura de grãos grosseiros da ZAC, após o tratamento de “Step Cooling”, notadamente no tratamento de “Step Cooling” com tensão

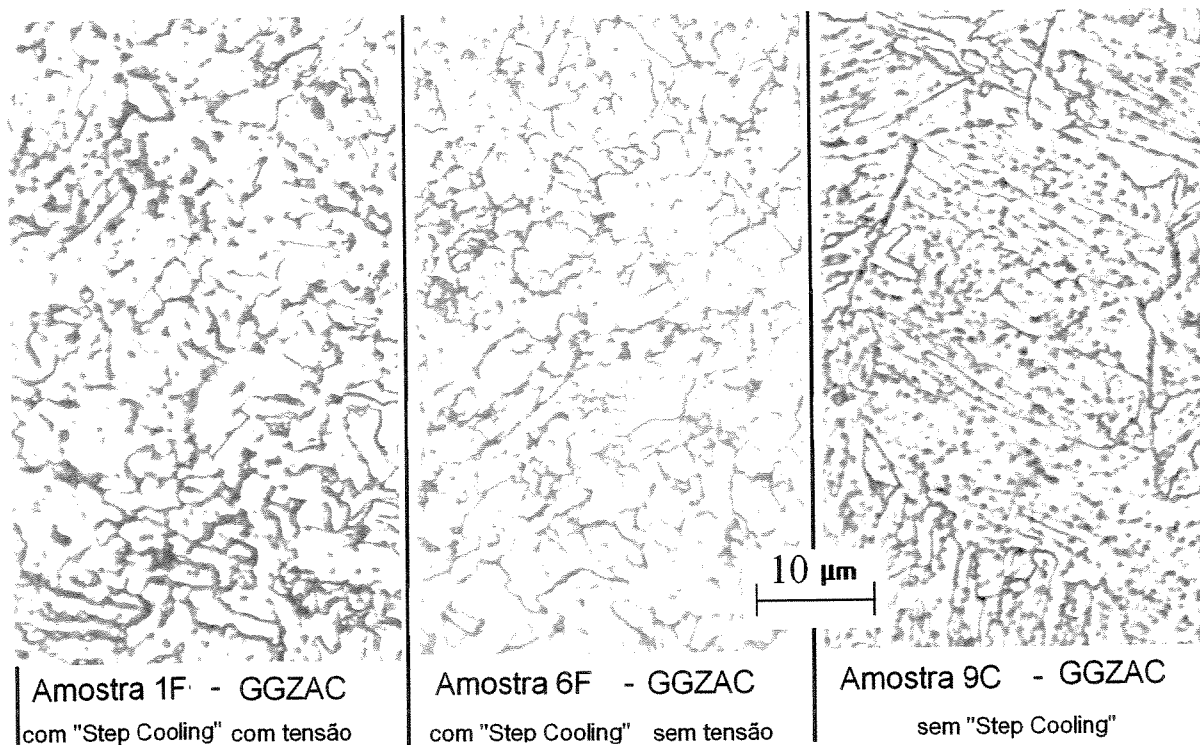


Fig.4.6: Microestruturas da GGZAC das três condições de tratamento. Nital 2%.

A figura 4.7, mostra a comparação entre as microestruturas típicas do metal de solda. Foram colocadas lado a lado as microestruturas observadas nas três condições de tratamento diferentes: com “Step Cooling” com tensão, com “Step Cooling” sem tensão, sem “Step Cooling”. Referem-se respectivamente às amostras 1C, 6F e 9C. A tendência ao crescimento dos carbeto tanto na matriz quanto intergranularmente, volta a ser observada, como mostra a figura 4.7, no metal de solda, após o tratamento de “Step Cooling”, de maneira mais acentuada no tratamento de “Step Cooling” com tensão.

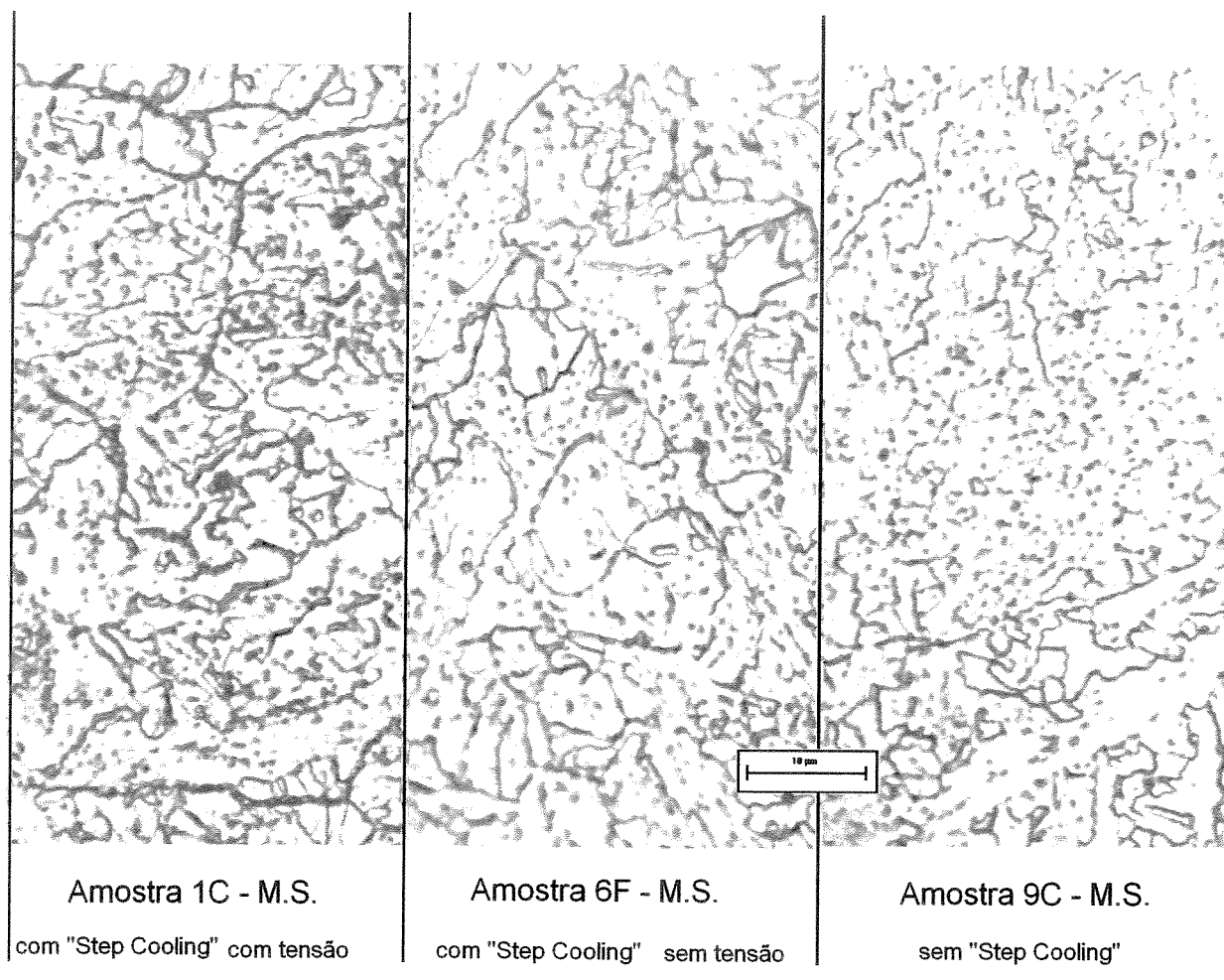


Fig.4.7: Microestruturas do metal de solda das três condições de tratamento. Nital 2%.

A figura 4.8 mostra a microestrutura da amostra 7F. São apresentadas as microestruturas tanto do metal de solda quanto da GGZAC e da GFZAC. Pode ser observada a ferrita acicular, principalmente no metal de solda, compondo a estrutura bainítica da amostra.

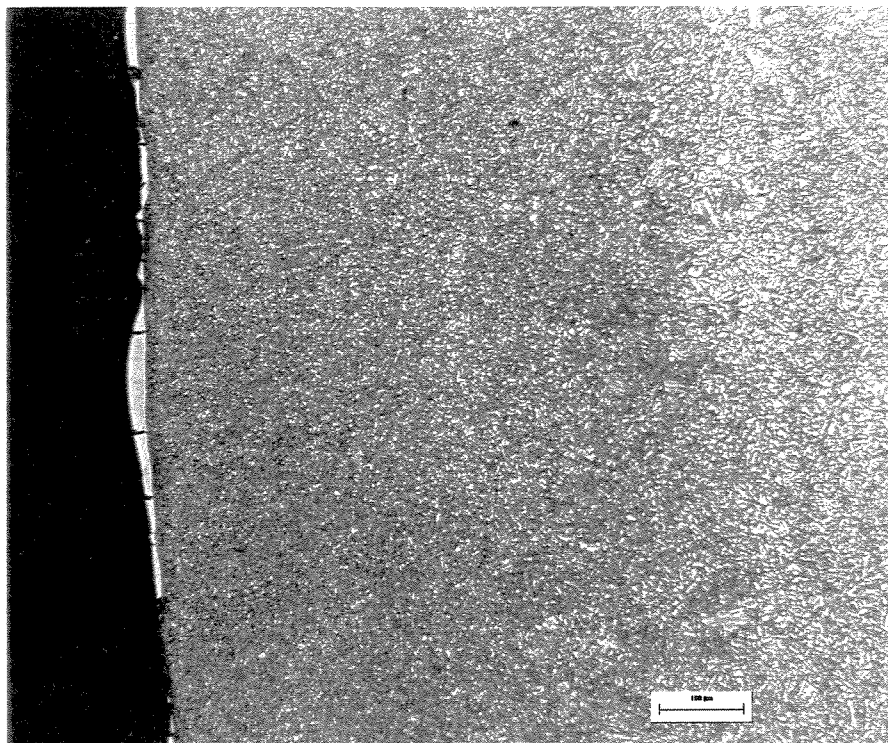


Fig.4.8: Microestrutura da amostra 7F. Nital 2%.

#### 4.4 Ensaios de Dureza

Os resultados dos ensaios de dureza realizados no metal de base com e sem TTAT estão apresentados na tabela 4.6.

Tab 4.6: Dureza Brinell em amostras do Metal de Base

Amostra	Carga de 62,5 kgf		Diâmetro do penetrador=2,5 mm(esfera de aço)		
	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Média	Desvio Padrão <sup>(3)</sup>
<b>A1<sup>(1)</sup></b>	188 HB	188 HB	191 HB	189 HB	1,7
<b>A2<sup>(1)</sup></b>	194 HB	195 HB	188 HB	192 HB	3,8
<b>A3<sup>(1)</sup></b>	188 HB	185 HB	188 HB	187 HB	1,7
<b><sup>(1)</sup> - A = Amostras sem TTAT</b>				<b>189 HB</b>	<b>2,5</b>
<b>B1<sup>(2)</sup></b>	186 HB	188 HB	185 HB	186 HB	1,5
<b>B2<sup>(2)</sup></b>	189 HB	187 HB	189 HB	188 HB	1,2
<b>B3<sup>(2)</sup></b>	191 HB	186 HB	187 HB	189 HB	2,6
<b><sup>(2)</sup> - B = Amostras com TTAT</b>				<b>187 HB</b>	<b>1,5</b>
<b><sup>(3)</sup> - O desvio padrão individual se refere às três medidas de cada linha e na média aos três valores médios</b>					

Os resultados dos ensaios de dureza realizados no metal de base a no máximo 15 mm da ZAC da junta soldada, em amostras sem “Step Cooling” estão apresentados na tabela 4.7.

Tab.4.7: Dureza Brinell no metal de base da junta soldada, sem “Step Cooling”

Amostra	Carga de 62,5 kgf		Diâmetro do penetrador=2,5 mm(esfera de aço)		
	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Média	Desvio padrão <sup>(1)</sup>
8B	174 HB	176 HB	176 HB	175 HB	1,2
8C	175 HB	175 HB	177 HB	176 HB	1,2
7A	172 HB	172 HB	174 HB	173 HB	1,2
7B	175 HB	172 HB	168 HB	172 HB	3,5
9D	167 HB	169 HB	165 HB	167 HB	2,0
9F	170 HB	167 HB	172 HB	170 HB	2,5
<b>Média do METAL DE BASE da junta soldada</b>				<b>172 HB</b>	<b>3,3</b>
<sup>(1)</sup> - O desvio padrão individual se refere às três medidas de cada linha e na média aos seis valores da média					

Os resultados dos ensaios de dureza realizados no metal de solda, em amostras sem “Step Cooling” estão apresentados na tabela 4.8.

Tab.4.8: Dureza Brinell no metal de solda da junta soldada, sem “Step Cooling”

Amostra	Carga de 62,5 kgf		Diâmetro do penetrador=2,5 mm(esfera de aço)		
	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Média	Desvio padrão <sup>(1)</sup>
8B	205 HB	200 HB	207 HB	204 HB	3,6
8C	204 HB	202 HB	192 HB	199 HB	6,4
7A	193 HB	205 HB	204 HB	201 HB	6,7
7B	193 HB	207 HB	212 HB	204 HB	9,8
9D	190 HB	204 HB	195 HB	196 HB	7,1
9F	204 HB	204 HB	204 HB	204 HB	0,0
<b>Média do METAL DE SOLDA</b>				<b>201</b>	<b>3,2</b>
<sup>(1)</sup> - O desvio padrão individual se refere às três medidas de cada linha e na média aos seis valores da média					

Os resultados dos ensaios de dureza realizados na ZAC, em amostras sem “Step Cooling” estão apresentados na tabela 4.9.

Tab.4.9: Dureza Vickers na ZAC da junta soldada, sem “Step Cooling”

Amostra	Carga de 5 kgf		Penetrador de diamante		
	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Média	Desvio padrão <sup>(1)</sup>
7C	201 HV	215 HV	201 HV	206 HV	8,1 HV
7G	201 HV	201 HV	210 HV	204 HV	5,2 HV
8G	201 HV	201 HV	201 HV	201 HV	0,0 HV
9G	192 HV	201 HV	210 HV	201 HV	9,0 HV
<b>Média da Zona Afetada pelo Calor</b>				<b>203 HV</b>	<b>2,3 HV</b>
<sup>(1)</sup> - O desvio padrão individual se refere às três medidas de cada linha e na média aos quatro valores da média					

Os resultados dos ensaios de dureza realizados no metal de base próximo à junta soldada, em amostras com “Step Cooling” com tensão, estão apresentados na tabela 4.10.

Tab.4.10: Dureza Brinell no metal de base da junta soldada, com “Step Cooling” com tensão

Amostra	Carga de 62,5 kgf		Diâmetro do penetrador = 2,5mm.		
	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Média	Desvio Padrão <sup>(1)</sup>
1F	151 HB	150 HB	150 HB	150 HB	0,6
3A	165 HB	161 HB	162 HB	163 HB	2,1
3F	150 HB	151 HB	150 HB	150 HB	0,6
<b>Média do METAL DE BASE da junta soldada</b>				<b>154 HB</b>	<b>7,1</b>
<sup>(1)</sup> - O desvio padrão individual se refere às três medidas de cada linha e na média aos três valores da média					

Os resultados dos ensaios de dureza realizados no metal de solda, em amostras com “Step Cooling” com tensão, estão apresentados na tabela 4.11.

Tab.4.11: Dureza Brinell no metal de solda da junta soldada, com “Step Cooling” com tensão

Amostra	Carga de 62,5 kgf		Diâmetro do penetrador = 2,5mm.		
	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Média	Desvio Padrão <sup>(1)</sup>
1F	174 HB	169 HB	164 HB	169 HB	5,0
3A	177 HB	169 HB	169 HB	172 HB	4,6
3F	166 HB	159 HB	166 HB	164 HB	4,0
<b>Média do METAL DE SOLDA</b>				<b>168 HB</b>	<b>4,1</b>
<sup>(1)</sup> - O desvio padrão individual se refere às três medidas de cada linha e na média aos três valores da média					

Os resultados dos ensaios de dureza realizados na ZAC, em amostras com “Step Cooling” com tensão, estão apresentados na tabela 4.12.

Tab.4.12: Dureza Vickers na ZAC da junta soldada, com “Step Cooling” com tensão

Amostra	Carga de 5 kgf		Penetrador de diamante		
	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Média	Desvio Padrão <sup>(1)</sup>
1A	183 HV	181 HV	180 HV	181 HV	1,5
1B	187 HV	187 HV	196 HV	190 HV	5,2
2C	183 HV	175 HV	189 HV	182 HV	7,0
<b>Média da ZAC</b>				<b>185 HV</b>	4,7

<sup>(1)</sup> - O desvio padrão individual se refere às três medidas de cada linha e na média aos três valores da média

Os resultados dos ensaios de dureza realizados no metal de base a no máximo 15 mm da ZAC da junta soldada, em amostras com “Step Cooling” sem tensão, estão apresentados na tabela 4.13.

Tab.4.13: Dureza Brinell no metal de base da junta soldada, com “Step Cooling” sem tensão

	Carga de 62,5 kgf		Diâmetro do penetrador = 2,5mm.		
	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Média	Desvio Padrão <sup>(1)</sup>
4A	159 HB	159 HB	155 HB	158 HB	2,3
5A	159 HB	159 HB	159 HB	159 HB	0,0
6A	159 HB	164 HB	159 HB	161 HB	2,9
<b>Média do METAL DE BASE da junta soldada</b>				<b>159 HB</b>	1,5

<sup>(1)</sup> - O desvio padrão individual se refere às três medidas de cada linha e na média aos três valores da média

Os resultados dos ensaios de dureza realizados no metal de solda, em amostras com “Step Cooling” sem tensão, estão apresentados na tabela 4.14.

Tab.4.14: Dureza Brinell no metal de solda da junta soldada, com “Step Cooling” sem tensão

Amostra	Medida 1	Medida 2	Medida 3	Média	Desvio Padrão <sup>(1)</sup>
4A	198 HB	191 HB	188 HB	192 HB	5,1
5A	188 HB	182 HB	183 HB	184 HB	3,2
6A	191 HB	191 HB	182 HB	188 HB	5,2
<b>Média do METAL DE SOLDA da junta soldada</b>				<b>188 HB</b>	4,0

<sup>(1)</sup> - O desvio padrão individual se refere às três medidas de cada linha e na média aos três valores da média

#### 4.5 Ensaio de Dureza – Discussão

Os resultados dos ensaios de dureza apresentaram valores baixos de desvio padrão, de tal maneira que alterações nos valores de dureza observados em corpos de prova de diferentes condições são consistentes. Os resultados dos ensaios de dureza no metal de solda apresentaram valores de desvio padrão um pouco mais elevado do que para o metal de base, mas ainda assim estes valores são relativamente baixos.

Não foi observada variação entre a dureza do metal de base antes e após o tratamento térmico de alívio de tensões. Comparando-se as tabelas 4.6 e 4.7, pôde-se observar uma pequena redução na dureza do metal de base na região próxima à junta soldada, provavelmente decorrente da influência do efeito térmico do processo de soldagem na região próxima a ZAC.

Os valores de dureza mais elevados do metal de solda e da ZAC em relação ao metal de base já eram previstos e estão em conformidade com o apresentado por Paulo [39] em seus estudos.

Comparando-se os resultados das tabelas 4.7 a 4.12 observa-se uma redução dos valores de dureza encontrados antes do tratamento de “Step Cooling”, em relação aos valores de dureza encontrados após o tratamento de “Step Cooling” com tensão de 138,6 MPa. Esta redução foi da ordem de 22 HB para dureza do metal de base, da ordem de 33 HB para a dureza do metal de solda e da ordem de 18 HV para a dureza da ZAC.

Comparando-se os resultados das tabelas 4.13 e 4.14 com os resultados das tabelas 4.7 a 4.12, observa-se que a dureza do metal de base e do metal de solda com tratamento de “Step Cooling” sem tensão apresentou valores intermediários entre os valores de dureza para as condições sem tratamento de “Step Cooling” e com tratamento de “Step Cooling” com tensão. No caso do metal de base, os valores de dureza ficaram mais próximos dos valores da segunda condição e no caso do metal de solda ficaram próximos à média das duas condições.

A figura 4.9 apresenta a comparação entre os valores de dureza apresentados por cada uma das três regiões de solda em cada uma das três situações de tratamento: sem “Step Cooling”, com “Step Cooling” sem tensão e com “Step Cooling” com tensão. Neste gráfico podem ser resumidas as observações feitas nos dois parágrafos anteriores.

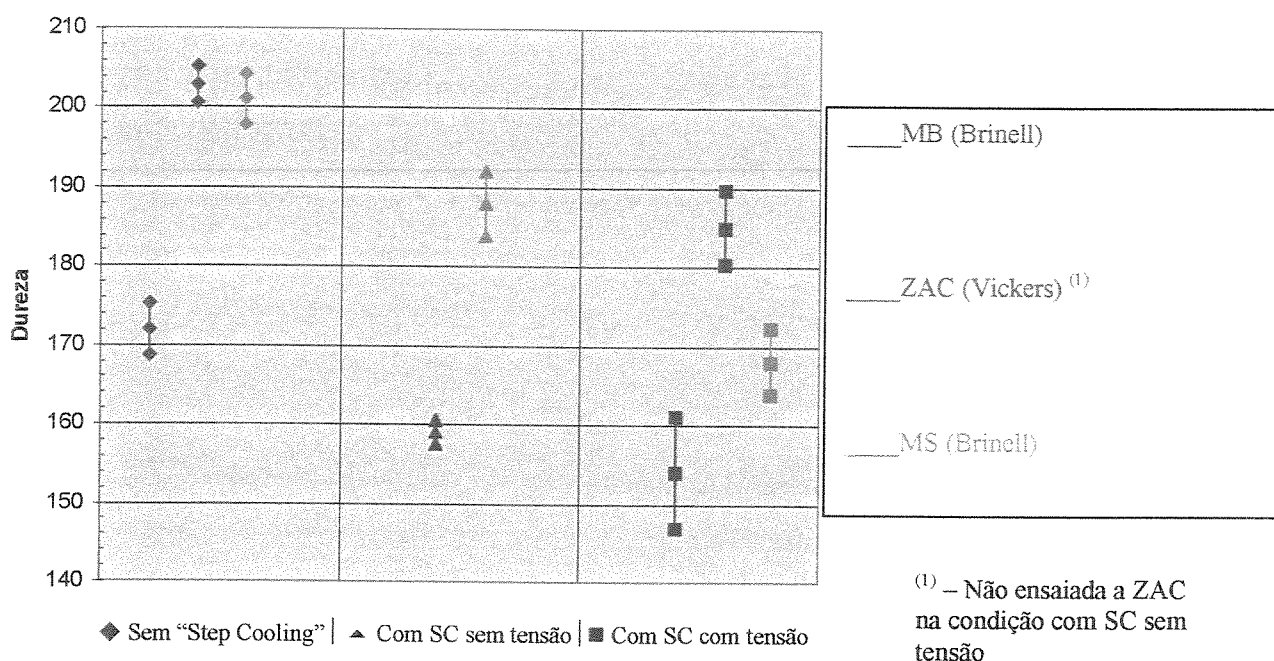


Fig.4.9: Comparação dos valores de dureza (média  $\pm$  desvio padrão) apresentados por cada uma das três regiões de solda em cada uma das três situações de tratamento (SC = “Step Cooling”)

A redução na dureza das amostras após o tratamento de “Step Cooling”, notadamente no caso de “Step Cooling” com tensão já era prevista e está em conformidade com o apresentado por Paulo [39] em seus estudos. No entanto, nos estudos de Paulo [39], o único tratamento, cujos corpos de prova apresentaram dureza abaixo da faixa de dureza do material sem “Step Cooling” foram os corpos de prova de metal de base que sofreram “Step Cooling” com tensão de 138,6 MPa.

Segundo Moss e outros [35] e Paulo [39], a dureza inicial é um parâmetro importante e pode servir como uma primeira indicação para se saber se o material recebeu os tratamentos térmicos adequados. Se esses tratamentos térmicos iniciais tivessem resultado na precipitação de carbeto

ricos em Mo, como  $M_2C$ , então a quantidade de molibdênio disponível em solução na ferrita seria menor, o que aumentaria a quantidade de fósforo livre e a fragilização. Pode-se explicar a redução nos níveis de dureza apresentados nas amostras com “Step Cooling” possivelmente pela precipitação e crescimento de carbeto nos contornos e empobrecimento de carbono na matriz. De tal maneira, pode-se dizer que o tratamento de “Step Cooling” com aplicação de tensão de 138,6 MPa, mostrou-se mais efetivo do que o tratamento de “Step Cooling” sem tensão, o que está em conformidade com os itens 2.6 e 2.7 da revisão da literatura.

#### 4.6 Ensaio de Tração - Resultados

Os resultados dos ensaios de tração estão apresentados na tabela 4.15 e foram utilizados para o cálculo dos valores de CTOD, conforme explicado nos itens 3.9 e 3.10.

Tab.4.15: Resultados dos ensaios de tração

Região	CP	Limite de escoamento 0,2% (MPa)	Limite de resistência à tração (MPa)	Módulo de elasticidade (GPa)	Alongamento percentual após ruptura (%)
Junta soldada	$1/4T1$	449	590	243,8	21
	$1/4T2$	493	615	267,3	18
	$1/2T$	426	585	236,8	24
M.B. sem TTAT	A3	487	630	269,2	26
	A4	493	635	210,2	27
M.B. com TTAT	B3	476	625	268,9	25
	B4	482	630	228,7	25
<b>Média</b>		<b>472</b>	<b>616</b>	<b>246,4</b>	<b>24</b>

#### 4.7 Ensaio de Tenacidade à Fratura

Os resultados dos ensaios de CTOD realizados no metal de base com e sem TTAT estão apresentados na tabela 4.16.

Tab.4.16: Valores de  $V_p$ , de  $CTOD_m$  e de  $K_Q$  referentes aos ensaios no metal de base

CP	$a_0$ (mm)	B(mm)	W(mm)	$V_p$ (mm)	$CTOD_m$ (mm)	$K_Q$ ( $MPa\sqrt{m}$ )	Desvio Padrão (mm)	Região
A1	6,25	5,9	11,95	2,04	0,51	74,05	-	Metal de base sem TTAT
A2	6,56	5,95	11,95	2,05	0,48	72,75	-	
A3	6,50	5,85	11,9	1,96	0,46	74,47	-	
A4	6,32	5,85	11,95	2,26	0,55	71,93	-	
A5	6,20	5,85	12	2,09	0,53	73,50	-	
A6	6,21	5,85	11,95	1,98	0,50	75,08	-	
CTOD <sub>m</sub> médio p/ M.B. s/ TTAT					0,51	73,62	0,03	
B1	6,43	69603	12	2,06	0,50	69,60	-	Metal de base com TTAT
B2	6,47	72493	11,95	1,99	0,47	72,49	-	
B3	6,39	71330	12	2,17	0,53	71,33	-	
B4	6,51	68037	12	2,26	0,53	68,04	-	
B5	6,40	68773	12	2,23	0,54	68,77	-	
B6	6,11	67151	12	2,18	0,56	67,15	-	
CTOD <sub>m</sub> médio p/ M.B. c/ TTAT					0,52	69,56	0,03	
CTOD <sub>m</sub> médio p/ Metal de Base					0,51	71,60	0,03	

Os resultados dos ensaios de  $CTOD_m$  realizados na ZAC da junta soldada, em amostras sem “Step Cooling” e o tipo de microestrutura da região ensaiada estão apresentados na tabela 4.17.

Tab.4.17:  $V_p$ ,  $CTOD_m$ ,  $K_Q$ , microestrutura na ponta da trinca, desvio padrão -CPs sem SC

CP	a <sub>0</sub> (mm)	B(mm)	W(mm)	V <sub>p</sub> (mm)	CTOD <sub>m</sub> (mm)	K <sub>Q</sub> ( MPa√m )	Microestrutura	Desvio Padrão (mm)	CTOD <sub>m</sub>
7A	6,10	5,95	12	2,32	0,60	67,46	GFZAC	-	
7B	6,54	5,9	11,95	2,20	0,51	68,05	GGZAC	-	
7D	6,31	5,9	12	2,42	0,59	67,07	GFZAC	-	
7E	6,25	5,95	12	2,28	0,57	67,52	GGZAC	-	
7F	6,41	5,95	12	2,20	0,53	67,60	GFZAC	-	
8A	6,57	5,95	12	2,62	0,60	65,97	GFZAC	-	
8B	6,22	5,95	12	2,60	0,65	66,51	GGZAC	-	
8C	6,53	6	12	1,98	0,46	63,08	GFZAC	-	
8D	6,22	5,9	12	2,26	0,57	65,55	GFZAC	-	
8E	6,48	5,9	12	2,22	0,53	67,43	GGZAC	-	
8F	6,24	5,95	12	2,26	0,56	66,30	GGZAC	-	
9A	6,11	5,9	12	2,30	0,59	69,20	GFZAC	-	
9B	6,33	5,95	11,95	2,26	0,55	68,01	GFZAC	-	
9C	6,33	6	12	2,00	0,49	64,96	GFZAC	-	
9D	6,41	5,9	11,95	2,06	0,49	66,02	GFZAC	-	
9E	6,46	5,95	12	2,06	0,49	66,32	GGZAC	-	
9F	6,37	6	12	2,13	0,52	64,50	GFZAC	-	
7C					não ensaiado				-
CTOD <sub>m</sub> e K <sub>Q</sub> médios p/ ZAC sem SC					0,55	66,56	GGZAC e GFZAC	0,05	
CTOD <sub>m</sub> e K <sub>Q</sub> médios: GFZAC sem SC					0,54	66,31	GFZAC	0,05	
CTOD <sub>m</sub> e K <sub>Q</sub> médios: GGZAC sem SC					0,55	67,02	GGZAC	0,06	

Os resultados dos ensaios de CTOD<sub>m</sub> realizados na zona afetada pelo calor e no metal de solda da junta soldada, em amostras com tratamento de “Step Cooling” com tensão de 138,6 MPa, juntamente com o tipo de microestrutura da região amostrada pela ponta da trinca de fadiga estão apresentados na tabela 4.18.

Tab.4.18: V<sub>p</sub>, CTOD<sub>m</sub>, K<sub>Q</sub>, desvio padrão e microestrutura da região atingida pela ponta da pré-trinca de fadiga (região da ZAC ou metal de solda) – CPs com “Step Cooling” com tensão

CP	a <sub>0</sub> (mm)	B (mm)	W (mm)	V <sub>p</sub> (mm)	CTOD <sub>m</sub> (mm)	K <sub>Q</sub> (MPa√m)	Microestrutura	Desvio Padrão CTOD <sub>m</sub> (mm)
1C	5,90	6	11,9	2,34	0,62	63,22	GGZAC	-
1D	6,38	5,95	12	2,78	0,67	63,00	GFZAC	-
1E	6,13	6	12	2,46	0,63 <sup>(1)</sup>	63,07	50% GGZAC + 50% MS	-
1F	6,55	5,95	12	2,29	0,53	67,76	GGZAC	-
1G	6,13	6	12	1,87	0,48	64,64	GFZAC	-
2A	6,20	5,95	11,9	2,35	0,58	64,42	GFZAC	-
2D	6,31	5,95	12	2,13	0,52	65,84	MS	-
2E	5,94	5,95	12	2,72	0,72	62,81	MS	-
2F	6,16	5,95	11,95	2,34	0,59	63,53	GGZAC	-
3A	6,27	6	12	2,36	0,58	64,39	GFZAC	-
3C	6,11	6	12	2,45	0,63	64,70	GFZAC	-
3D	6,23	5,95	11,95	2,18	0,54	67,59	GFZAC	-
3E	6,21	5,9	12	2,25	0,57	66,10	GGZAC	-
3F	6,08	5,9	11,95	2,25	0,58	61,11	GGZAC	-
1A				não ensaiado				-
1B				não ensaiado				-
2B				não ensaiado				-
2C				não ensaiado				-
3B				não ensaiado				-
CTOD <sub>m</sub> e K <sub>Q</sub> médios p/ ZAC c/ SC c/ tensão					0,58	<b>64,59</b>	TODAS	0,05
CTOD <sub>m</sub> e K <sub>Q</sub> médios: GFZAC c/ SC c/ tensão					0,58	<b>64,34</b>	GGZAC	0,03
CTOD <sub>m</sub> e K <sub>Q</sub> médios: GGZAC c/ SC c/ tensão					0,58	<b>64,79</b>	GFZAC	0,07
CTOD <sub>m</sub> e K <sub>Q</sub> médios: MS c/ SC c/ tensão					0,62	<b>64,32</b>	MS	0,14

<sup>(1)</sup> – O valor de CTOD<sub>m</sub> da amostra 1E não foi considerado em nenhuma das médias pelo fato da trinca ter amostrado mais de uma região

Os resultados dos ensaios de CTOD realizados na zona afetada pelo calor da junta soldada, em amostras com tratamento de “Step Cooling” sem tensão, juntamente com o tipo de microestrutura da região amostrada pela ponta da trinca de fadiga estão apresentados na tabela 4.19.

Tab.4.19: Valores de  $V_p$ , de  $CTOD_m$ ,  $K_Q$ , microestrutura da região amostrada pela ponta da pré-trinca de fadiga e desvio padrão, para CPs com “Step Cooling” sem tensão

CP	$a_0$ (mm)	B(mm)	W(mm)	$V_p$ (mm)	$CTOD_m$ (mm)	$K_Q$ (MPa $\sqrt{m}$ )	Microestrutura	Desvio Padrão $CTOD_m$ (mm)
4A	6,18	5,95	11,95	2,23	0,56	66,99	GGZAC	-
4B	6,08	5,95	12	2,10	0,54	64,57	GFZAC	-
4C	6,32	6	12	2,22	0,54	65,78	GGZAC	-
4D	6,06	5,95	11,95	2,30	0,59	61,51	GGZAC	-
4E	6,29	5,95	11,95	2,14	0,53	65,82	GFZAC	-
4F	6,11	5,95	11,95	2,14	0,54	63,39	GGZAC	-
5A	6,08	5,95	12	2,29	0,59	64,54	GFZAC	-
5B	5,98	5,95	11,95	2,42	0,63	62,70	GFZAC	-
5C	6,14	6	12	2,18	0,56	62,52	GFZAC	-
5D	5,88	5,95	11,95	1,80	0,49	64,74	GFZAC	-
5E	6,11	5,95	11,95	2,37	0,60	65,93	GGZAC	-
5F	6,26	5,95	12	1,92	0,48	60,93	GGZAC	-
6A	5,94	5,95	12	2,36	0,63	63,31	GGZAC	-
6B	6,01	5,9	12	2,04	0,54	65,54	GFZAC	-
6C	5,98	5,9	12	1,98	0,52	62,48	GFZAC	-
6D	6,02	5,9	11,95	2,24	0,58	63,49	GFZAC	-
6E	6,12	5,9	12	1,90	0,49	65,99	GFZAC	-
6F	6,12	5,9	11,9	2,02	0,51	68,34	GGZAC	-
CTOD <sub>m</sub> e K <sub>Q</sub> médios p/ ZAC c/ SC s/ tensão					0,55	<b>64,36</b>	TODAS	<b>0,05</b>
CTOD <sub>m</sub> e K <sub>Q</sub> médios:GFZAC c/ SC s/ tensão					0,56	<b>64,24</b>	GGZAC	<b>0,05</b>
CTOD <sub>m</sub> e K <sub>Q</sub> médios: GGZAC c/ SC s/ tensão					0,55	<b>64,52</b>	GFZAC	<b>0,04</b>

#### 4.8 Tenacidade à Fratura - Discussão

O desvio padrão encontrado nos ensaios de CTOD, em geral, foi relativamente pequeno, mostrando pouca dispersão de resultados. Os valores de CTOD no metal de base para a condição com TTAT em relação à condição sem TTAT foram bem próximos, ficando os valores dentro da mesma faixa se considerarmos o desvio-padrão. Os valores encontrados para  $K_Q$  neste trabalho não tem muito significado, porque os ensaios realizados indicaram que o comportamento do material nas diferentes situações foi muito mais elasto-plástico do que elástico.

Os valores de CTOD encontrados para o metal de base, se considerarmos a média entre com e sem TTAT, foram cerca de 6% inferiores aos valores encontrados para a ZAC na mesma condição, sem “Step Cooling”. Este comportamento não confirmou o que estava previsto pela

revisão da literatura, no item 2.8, que prevê um metal de base mais dúctil que a ZAC. Entretanto a diferença encontrada nos ensaios de  $CTOD_m$  realizados coloca os valores da ZAC e do metal de base dentro da mesma faixa, se considerarmos o desvio-padrão. A junta soldada foi reproduzida com baixo aporte de calor, conforme EPS original, a diferença prevista na literatura para aportes de calor menores, para valores de  $K_{Ic}$  é da ordem de apenas 8,3 % e além disto estes valores referem-se à ensaios feitos à  $-17,7^{\circ}C$  [25], obtidos sob condições de deformação plana e não de tensão plana. Os resultados dos ensaios de  $CTOD_m$  para a ZAC nas várias condições de tratamento mostraram valores próximos nas três situações, principalmente se considerarmos o desvio padrão, já que os valores se encaixam dentro da mesma faixa. A possível redução em relação aos valores de  $CTOD_m$  após as simulações de fragilização com “Step Cooling” com e sem tensão não foi observada, ficando tais valores próximos aos da condição sem “Step Cooling”. As observações feitas neste parágrafo podem ser mais bem visualizadas na figura 4.10.

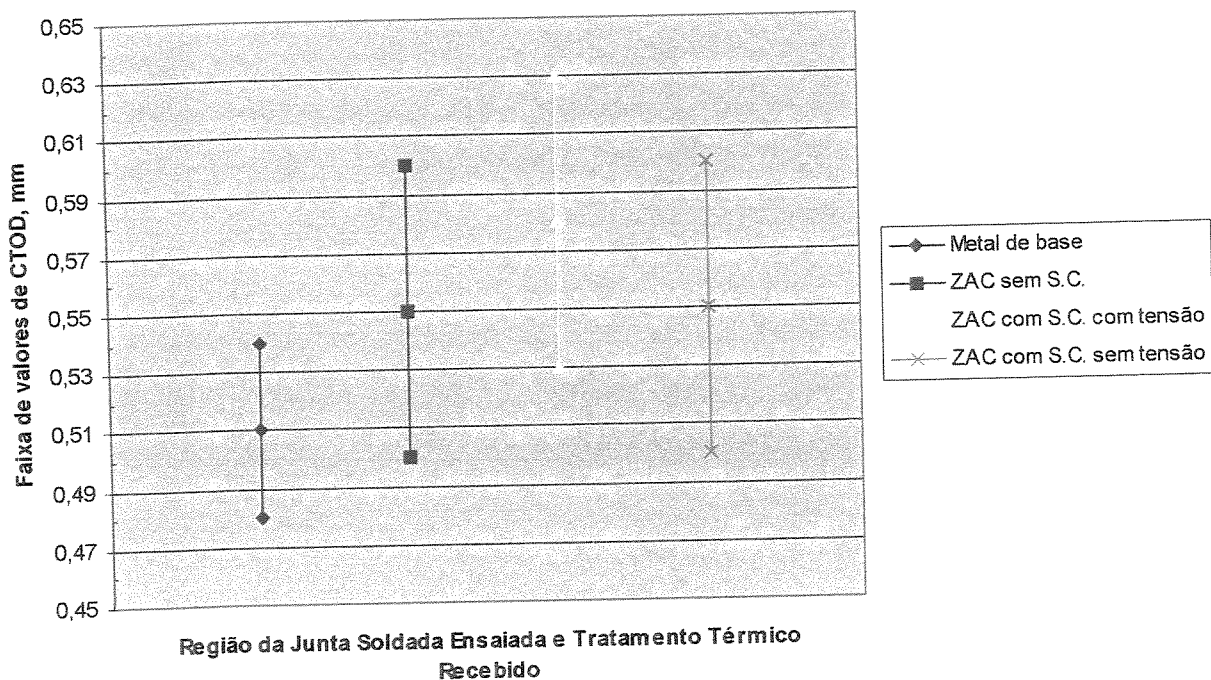


Fig.4.10: Comparação dos valores de  $CTOD_m$  (média  $\pm$  desvio padrão) obtidos no metal de base e na ZAC em cada uma das três condições de tratamento

Não foram observadas variações significativas nos valores de tenacidade à fratura perceptíveis pelos ensaios de  $CTOD_m$  efetuados referentes à diferença de granulometria das

regiões da ZAC. Os resultados dos ensaios de  $CTOD_m$  para a ZAC mostraram valores próximos, comparando-se quando a ponta da pré-trinca de fadiga atingiu regiões de grãos grosseiros em relação a quando a mesma atingiu regiões de grãos finos nas três situações de tratamento. Estas observações podem ser mais bem visualizadas na figura 4.11.

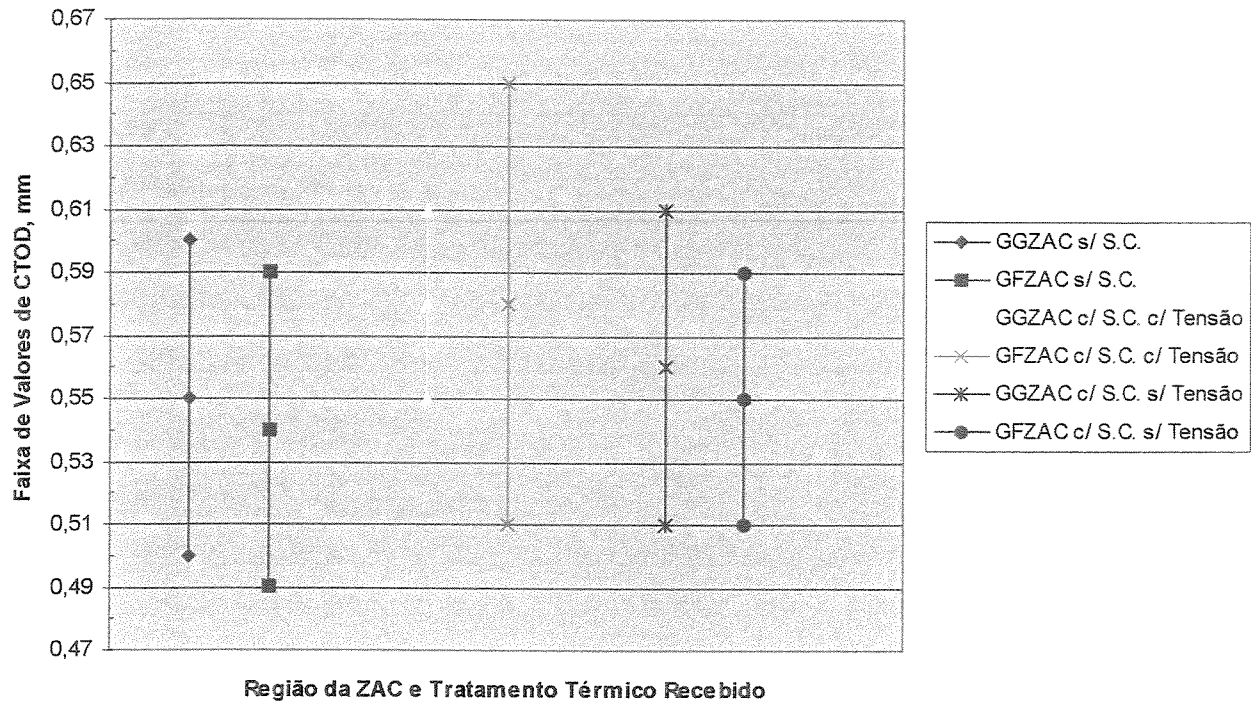
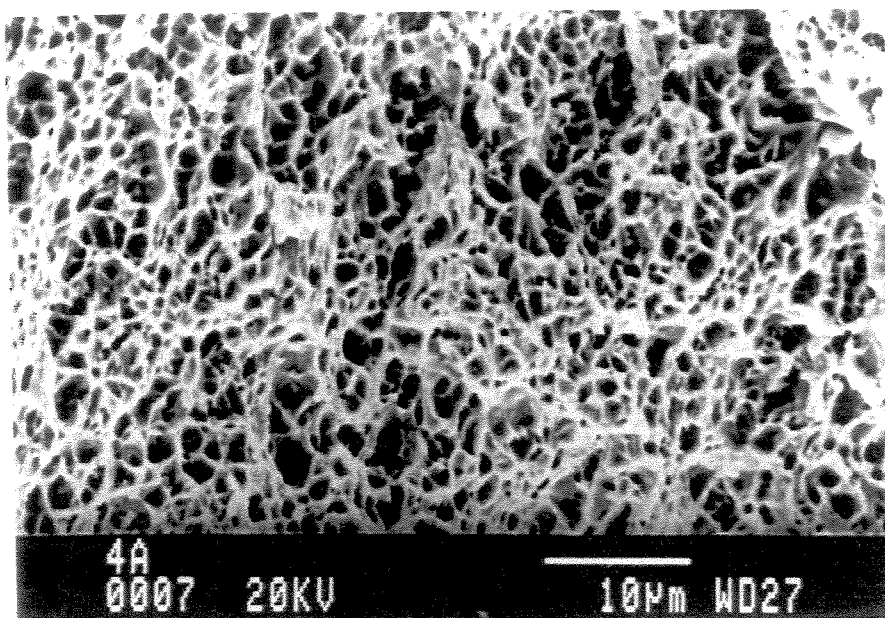


Fig.4.11: Comparação dos valores de  $CTOD_m$  (média  $\pm$  desvio padrão) obtidos nas regiões de grãos grosseiros com os valores obtidos nas regiões de grãos finos da ZAC em cada uma das três condições de tratamento

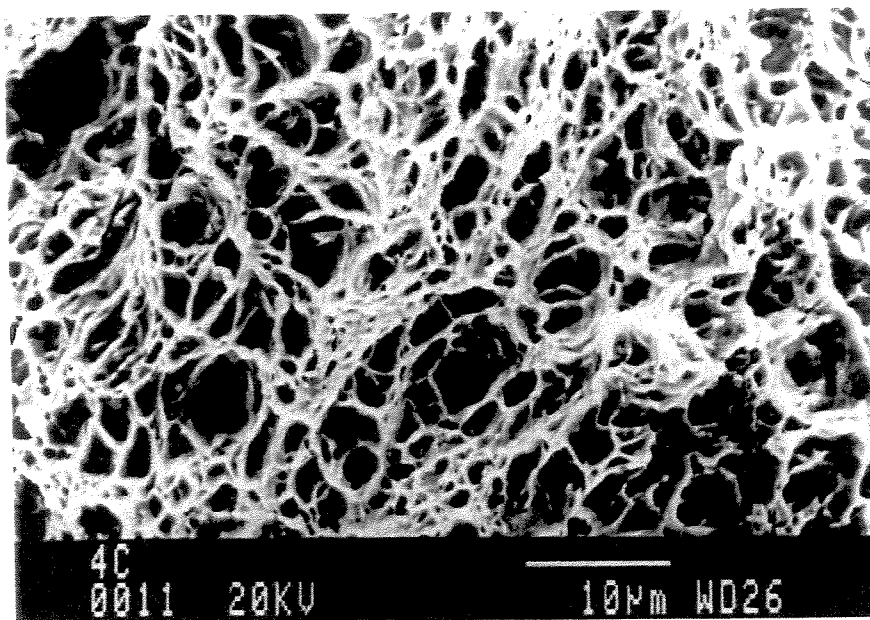
#### 4.9 Resultados e Discussão da Análise Fractográfica

A análise fractográfica não revelou diferenças relevantes no micromecanismo de fratura na região do crescimento estável da trinca, entre as três diferentes condições de tratamento de fragilização estudadas. Observando-se esta mesma região, é nítida a presença do mecanismo de crescimento e coalescimento de microcavidades ou “fratura alveolar”.

A figura 4.12 apresenta o aspecto no MEV da região de crescimento estável da trinca. As amostras 4A e 4C apresentadas nesta figura, são respectivamente de grãos finos e de grão grosseiros e foram submetidas a “Step Cooling” sem tensão.



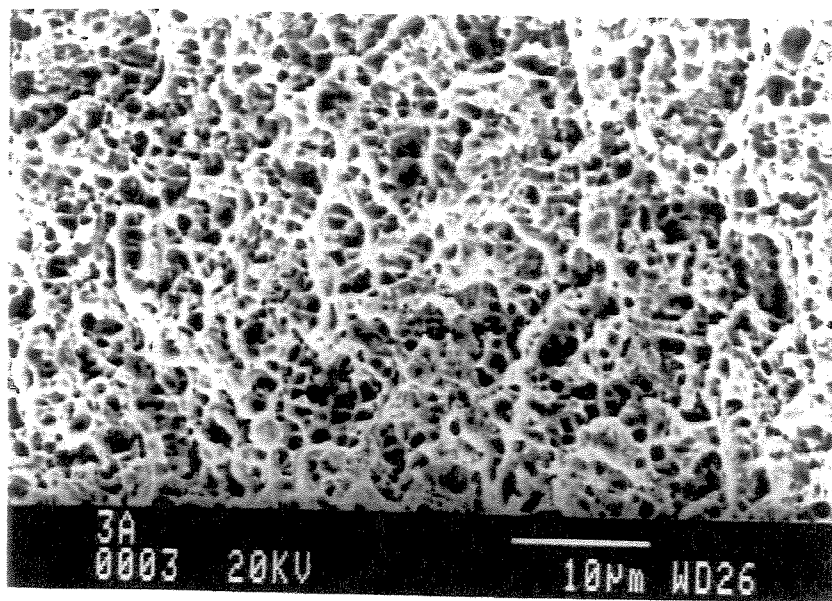
(a) Amostra 4A - GFZAC– com “Step Cooling” sem tensão.



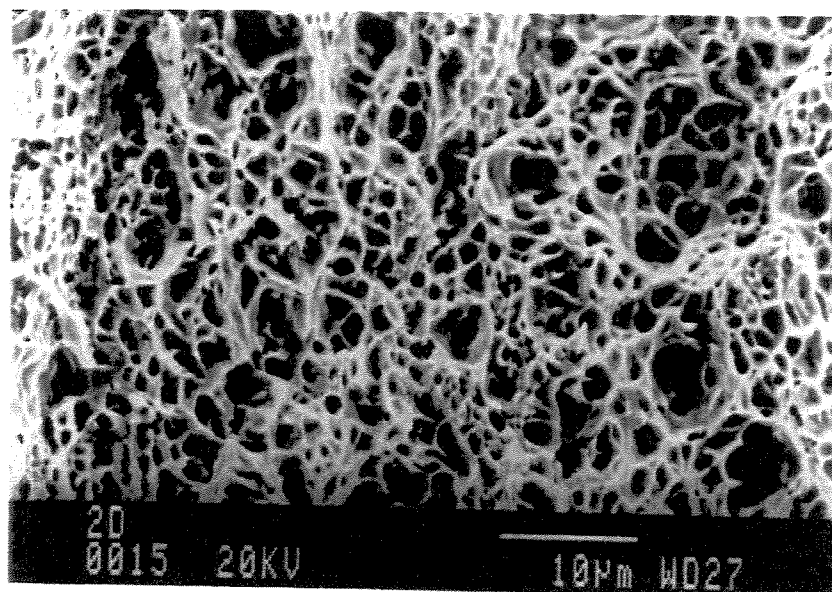
(b) Amostra 4C - GGZAC– com “Step Cooling” sem tensão.

Fig.4.12: Fractografias da superfície de fratura de corpos de prova de CTOD<sub>m</sub>, região de crescimento estável da trinca.

A figura 4.13 apresenta o aspecto no MEV da região de crescimento estável da trinca. As amostras 3A e 2D apresentadas nesta figura, são respectivamente de grãos finos da ZAC e de metal de solda e foram submetidas a “Step Cooling” com tensão.



(a) Amostra 3A - GFZAC– com “Step Cooling” com tensão.



(b) Amostra 2D – MS – com “Step Cooling” com tensão.

Fig.4.13: Fractografias da superfície de fratura de corpos de prova de CTOD<sub>m</sub>, região de crescimento estável da trinca.

A figura 4.14 mostra um aspecto geral do plano da trinca. Mostra da esquerda para a direita inicialmente a região usinada por fresamento e a região usinada por eletroerosão. A seguir a região de crescimento da pré-trinca de fadiga e a região de crescimento estável da trinca, esta última com coloração mais escura e à direita a região rompida após resfriamento com  $N_2$  líquido.

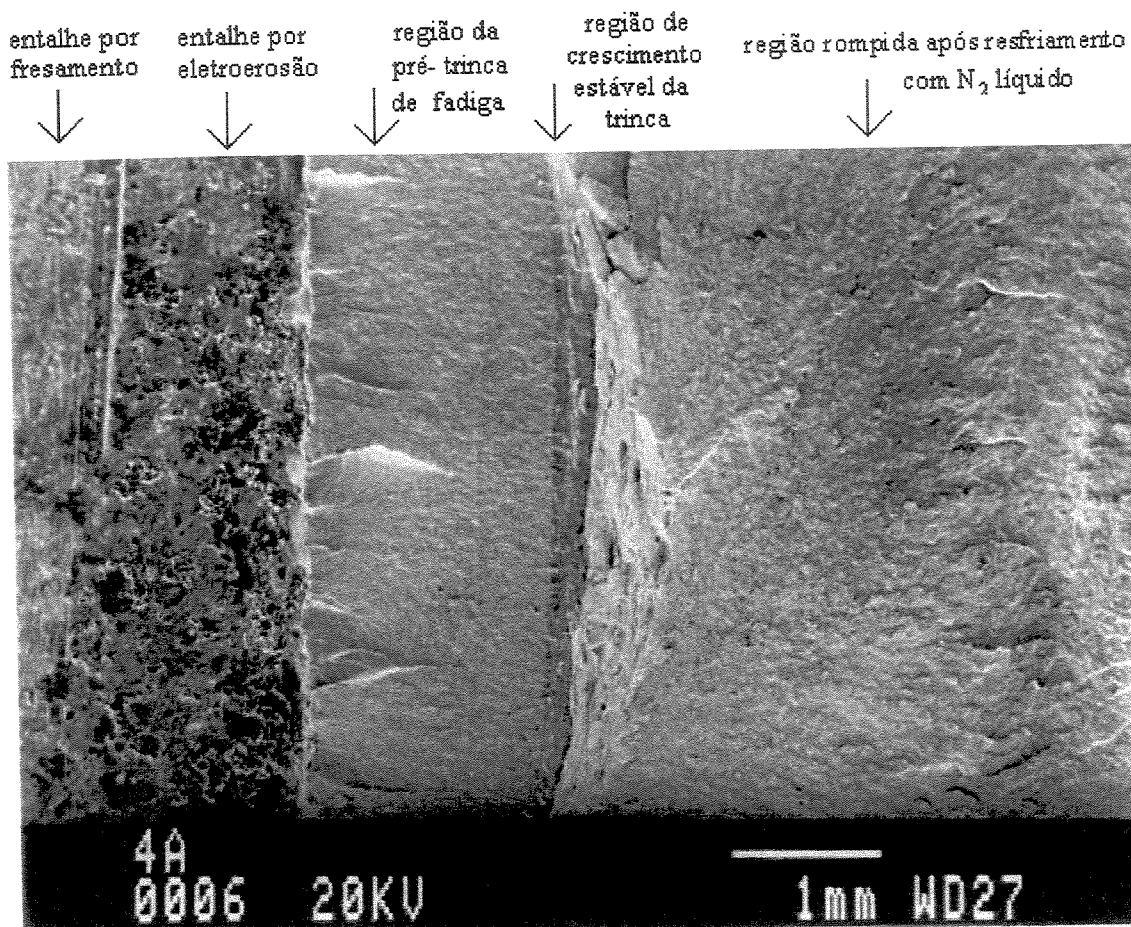


Fig.4.14: Fractografia da superfície de fratura de corpos de prova de CTOD<sub>m</sub>, nas várias regiões. Amostra 4A.

#### 4.10 Discussão Geral dos Resultados

A primeira limitação experimental deste trabalho foi o fato de não existirem mais as juntas de produção dos reatores da RPBC e da REPLAN, utilizadas em trabalhos anteriores [32, 39]. Muito embora tenham sido utilizadas as mesmas especificações dos consumíveis originais, excetuando-se o diâmetro dos mesmos, a possibilidade de comparações com trabalhos anteriores ficou restrita ao metal de base e a ZAC em função de lotes e origens diferentes do metal de

adição. Já a avaliação das propriedades metalúrgicas e mecânicas nestas duas regiões é possível e no caso da zona afetada pelo calor são válidas, já que o efeito térmico sofrido pelas juntas de produção originais foi simulado.

Wignarajah e outros [52], como citado no item 2.6 da revisão da literatura, mostraram que o comportamento de crescimento de carbetos, que se tornaria a mais dominante causa da fragilização pelo revenido quando considerados períodos de operação de 10 ou 20 anos, não seria bem simulado pelo processo de “Step Cooling”. É bom lembrar que eles utilizaram a análise por EDX e não por AES para a verificação da presença de fósforo e outras impurezas nos contornos de grão, após as simulações de fragilização. Sabe-se da dificuldade de detecção da presença de tais impurezas nos contornos de grão por meio de EDX. Assim, é questionável a afirmação destes autores de que os dois efeitos (crescimento de carbetos e segregação de impurezas nos contornos) poderiam ocorrer independentemente um do outro, como também se sobrepor.

Avaliar a susceptibilidade ao efeito da degradação do aço 2,25Cr-1Mo após longo tempo de serviço em condições de temperatura e pressão elevadas através de técnicas de simulação tais como o envelhecimento isotérmico e o “Step Cooling” é muito comum e amplamente encontrado na literatura [23, 32, 37, 39, 52, 53, 54, 55]. Até mesmo a norma de fabricação do aço A-387 grau 22 [7], utiliza o “Step Cooling” no estabelecimento de requisitos adicionais de teste de impacto. O “Step Cooling” sozinho, entretanto, não tem demonstrado ser um método viável para simular a fragilização por longo tempo em serviço [52], nem adequado a simular fragilização nos modernos aços 2,25Cr-1Mo, com maior controle de impurezas. No entanto, face aos longos períodos utilizados nas simulações de envelhecimento isotérmico, que chegam a ser vistos na literatura em pelo menos 10.000 horas [52], chegando a 75.000 horas ou mais, mesmo em laboratório [23], o “Step Cooling” se mostra vantajoso, já que pode ser realizado em um prazo de doze dias, fora os preparativos. O tempo passou a ser, portanto, o segundo fator limitador deste trabalho. O uso da tensão associada ao “Step Cooling”, como já citado no item 2.7, visou melhorar a eficácia da técnica do “Step Cooling”, simulando o efeito da tensão em operação a que estão sujeitos os reatores de HDT. O comportamento de crescimento de carbetos, que se tornaria a causa dominante da fragilização pelo revenido quando considerados períodos de operação de 10 ou 20 anos e que não seria bem simulado pelo processo de “Step Cooling”, é mais bem simulado

quando a tensão é aplicada na condição de simulação, causando um aumento no tamanho dos carbeto. A partir das limitações iniciais, ficou portanto definida como a melhor técnica de simulação do fenômeno da fragilização pelo revenido em laboratório, para este trabalho, em curto espaço de tempo, a técnica de “Step Cooling” com aplicação de tensão.

Dentro da linha de simulação apresentada no parágrafo anterior, os ensaios de dureza e a análise microestrutural das amostras submetidas às três condições diferentes, puderam servir como um bom parâmetro para a avaliação da eficiência dos tratamentos de “Step Cooling”, com e sem aplicação de tensão. Neste aspecto, a redução observada na dureza das amostras com “Step Cooling” com tensão de 138,6 MPa e sem aplicação de tensão, foi resumida na figura 4.9, mostrada em detalhes nas tabelas 4.7 a 4.14 e foi mais pronunciada no caso de aplicação de tensão. A redução da dureza em amostras após o tratamento de “Step Cooling” foi explicada por Paulo [39] como sendo decorrente do fato do carbono necessário para a formação de carbeto deixar de fazer parte da matriz, após o emprego das técnicas de simulação de fragilização.

As diferenças microestruturais apresentadas nas figuras 4.5, 4.6 e 4.7, com relação ao crescimento de carbeto após os tratamentos de simulação de fragilização, acentuadamente na condição de aplicação de tensão, vêm de encontro às observações do parágrafo anterior relativas à dureza e pode-se dizer que os tratamentos de simulação de fragilização apresentaram os efeitos previstos, com melhor desempenho no caso da utilização da tensão associada ao “Step Cooling”. O uso da tensão associada a esta técnica, no entanto, ainda carece de mais estudos.

Outro parâmetro para se avaliar a eficácia dos tratamentos de “Step Cooling” é o mecanismo de fratura, que depende da temperatura de teste. A mudança do mecanismo de fratura de coalescimento de microcavidades para intergranular, característica do fenômeno de fragilização pelo revenido, observada no trabalho de Teixeira e outros [46], apenas nas simulações de fragilização pelo revenido em que houve tensão associada ao tratamento de “Step Cooling”, não foi observada neste trabalho. É bom lembrar que Teixeira e outros [46] estudaram os efeitos da tensão nos resultados do “Step Cooling” em metal de solda (MS) de depósitos feitos com eletrodos AWS E9018B3 de composição 2,25Cr-1Mo, enquanto que neste trabalho a região de metal de solda que chegou a ser ensaiada, foi produzida com depósito feito por arco submerso.

Além disto, este trabalho focou prioritariamente a ZAC do aço 2,25Cr-1Mo, apenas dois ensaios de CTOD<sub>m</sub> tiveram a região da trinca localizada no metal de solda, bem próximas à linha de fusão. As temperaturas dos ensaios de impacto Charpy de Teixeira e outros [46] foram de -30°C e 0°C, enquanto que a temperatura dos ensaios de CTOD<sub>m</sub> realizados neste trabalho foram na faixa de 23 a 23,5°C. Portanto, as diferenças nos materiais, regiões e temperaturas ensaiadas dificultam comparações, mas dão um indicativo do bom comportamento do aço 2,25Cr-1Mo em temperatura ambiente apresentado neste trabalho. Observações no MEV indicaram, nas três condições analisadas neste trabalho, que o mecanismo de fratura na região de crescimento estável da trinca, tanto em corpos de prova de CTOD cujo plano da trinca se localizou em regiões GGZAC, quanto em corpos de prova de CTOD cujo plano da trinca se localizou em regiões GFZAC, foi a fratura alveolar ou crescimento e coalescimento de microcavidades.

A última limitação dos trabalhos experimentais aqui realizados é decorrente da carga disponível para a realização do tratamento de “Step Cooling” com tensão. A área da seção transversal das barras dos corpos de prova de CTOD foi dimensionada em função da carga máxima possível de ser aplicada nas máquinas da STM e da tensão de 138,6MPa, necessária para simular a condição de serviço dos reatores de HDT. A partir daí decidiu-se pelo estudo apenas fenomenológico da tenacidade à fratura do material submetido às técnicas de simulação de fragilização, evitando-se o uso de qualquer valor experimental como dado de projeto válido para os reatores de HDT.

Consideradas as limitações de tamanho dos corpos de prova de CTOD, explicadas no parágrafo anterior e tendo em conta a eficácia já discutida dos tratamentos de fragilização utilizados, os valores dos ensaios de CTOD não apresentaram variação significativa. A ZAC do aço 2,25Cr-1Mo se comportou bem com relação à tenacidade à fratura em temperatura ambiente, mesmo após as simulações de fragilização pelo revenido. Os valores de tenacidade à fratura encontrados nos corpos de prova de CTOD da ZAC sem “Step Cooling” foram até ligeiramente maiores que os valores apresentados pelo metal de base, também sem “Step Cooling”, estando, no entanto, dentro da mesma faixa de valores, apesar de uma piora nestes valores ter sido prevista pela literatura [25].

A não variação dos valores de tenacidade à fratura encontrados para a ZAC nas condições de "Step Cooling" com e sem tensão em relação à condição sem "Step Cooling", indicaram que o material possui reduzida susceptibilidade à fragilização pelo revenido, conforme previsto e, possivelmente que o procedimento de soldagem gerou pouca GGZAC e muita GFZAC. Este comportamento pode ser explicado pela evolução metalúrgica no controle de impurezas deste aço [25, 26, 33, 50, 52]. Apesar de pequenas discrepâncias, os resultados das análises químicas são compatíveis com esta afirmação, mostrando que houve controle de impurezas na liga analisada.

As regiões de grãos grosseiros e de grãos finos da ZAC apresentaram um comportamento muito próximo com relação à tenacidade à fratura, em todas as três condições. Normalmente os ensaios de CTOD são bastante sensíveis às variações microestruturais.

Normalmente se utiliza a propriedade de resistência ao impacto Charpy com entalhe em V para avaliação do grau de fragilização pelo revenido. Apesar da sua deficiência como medida de tenacidade à fratura ser bem conhecida, este ensaio tem sido utilizado para fazer correlações com outras medidas de tenacidade à fratura [25], como mostrado no item 2.10. Como mostrado nos itens 2.3 e 2.9, o deslocamento da curva de energia no ensaio de impacto Charpy para a direita é o principal indicador da susceptibilidade à fragilização pelo revenido [23, 26]. A diferença de custo entre um ensaio de impacto Charpy e um ensaio de CTOD é uma das principais razões para a utilização do primeiro. Dentro deste contexto, a realização de ensaios de CTOD à temperatura ambiente é de grande relevância para a análise do comportamento quanto à propagação da trinca de materiais utilizados em equipamentos da indústria petroquímica, sujeitos a parada e partida, tais como os reatores de HDT. O bom comportamento quanto à resistência à propagação de trincas do aço 2,25Cr-1Mo, após as simulações de fragilização por "Step Cooling", com e sem a aplicação de tensão, vem de encontro aos recentes avanços na metalurgia do controle de impurezas destes aços e faz sugerir a possibilidade de adequações da temperatura MPT, já proposta em trabalhos anteriores por Buscemi [23], através de estudos mais detalhados.

## **Capítulo 5**

### **Conclusões e Sugestões para Próximos Trabalhos**

A avaliação da tenacidade à fratura na zona afetada pelo calor do aço 2,25Cr-1Mo utilizado nos reatores de HDT da RPBC e da REPLAN e a comparação com trabalhos anteriores que avaliaram outras propriedades mecânicas e metalúrgicas, pôde ser feita porque a origem do material de base é a mesma e o efeito térmico sofrido pelas juntas de produção originais foi simulado.

A redução da dureza nos corpos de prova de CTOD que foram tratados por técnicas de simulação de fragilização, neste trabalho, pode ser explicada como decorrente do empobrecimento de carbono na matriz devido ao crescimento de carbeto na matriz e nos contornos, após o emprego destas técnicas, o que foi comprovado pela análise microestrutural das amostras.

Dentro deste contexto, os mecanismos de simulação de fragilização comportaram-se da maneira já prevista e uma maior eficácia no caso da utilização da tensão associada ao tratamento de “Step Cooling” foi observada pelos citados ensaios de dureza e metalográficos, o que esteve de acordo com o previsto na literatura.

Apesar da literatura apresentar reduções nos valores de CTOD da ZAC em relação ao metal de base da ordem de 8% ou mais, não foi observada variação significativa entre as duas regiões neste trabalho.

O tamanho dos corpos de prova utilizados de CTOD invalidou a utilização dos resultados como parâmetros de projeto válidos para os reatores de HDT, mas estes resultados são válidos para a análise comportamental do material e simulação de sua condição de serviço.

A não variação observada nos valores de tenacidade à fratura para as três diferentes condições de tratamento da ZAC, deram uma indicação de que esta região da junta soldada do material utilizado na confecção dos reatores apresentou reduzida susceptibilidade à fragilização pelo revenido. Se houve fragilização, ela não foi detectada, já que a susceptibilidade deste aço ao fenômeno não chegou a interferir nos valores dos ensaios de CTOD após as simulações de fragilização pelo revenido, em temperatura ambiente. O bom comportamento quanto à resistência à propagação de trincas do aço 2,25Cr-1Mo, após a simulação de fragilização por "Step Cooling", com e sem a aplicação de tensão de tração, vem de encontro aos recentes avanços na metalurgia, podendo ser explicado por meio do avanço no controle de impurezas destes aços e faz sugerir a possibilidade de adequações da temperatura MPT, já proposta em trabalhos anteriores por Buscemi [23].

A diferença microestrutural das regiões da ZAC não implicou em variação nos valores de tenacidade à fratura perceptíveis pelos ensaios de CTOD efetuados.

Sugerem-se estudos mais detalhados de tenacidade à fratura neste material, utilizando espessuras mais próximas da espessura das chapas dos reatores hoje existentes.

Além do "Step Cooling" com aplicação de tensão, sugerem-se tratamentos isotérmicos de longa duração (acima de 10.000 horas), também associados à aplicação de tensão, principalmente em faixas de temperaturas mais baixas (454°C), onde os efeitos de fragilização são mais demorados, porém mais nocivos. Sugere-se também, a utilização de material retirado de

equipamentos que forem retirados de operação, para estudos mais detalhados do fenômeno de fragilização pelo revenido.

Ensaio de tenacidade à fratura poderiam ser estendidos tanto para temperaturas mais baixas, onde a possibilidade de fratura frágil surge e poderia estar associada à fratura intergranular no caso da susceptibilidade à fragilização pelo revenido ocorrer, como também para temperaturas acima da utilizada neste trabalho, de maneira a se poder avaliar a adequabilidade das MPTs (“minimum pressurizing temperature”) atualmente utilizadas nos reatores de HDT a valores realmente necessários.

## Referências Bibliográficas

- [1] - American Petroleum Institute. *API PUBL 959 Characterization study of temper embrittlement of chromium-molybdenum steels*, Washington, DC, USA, API, May, 1982, 126p.
- [2] - American Petroleum Institute, Washington, DC, USA. API RP 2Z; recommended practice for preproduction qualification for steel plates for offshore structures, 3.ed, Aug., 1998, 15p.
- [3] - American Petroleum Institute, Washington, DC, USA. API RP 579; fitness-for-service. Washington, DC, USA, 1. ed, 966 p., 2000.
- [4] - American Society for Mechanical Engineers, New York, NY, USA. ASME boiler and pressure vessel code – section VIII - rules for construction of pressure vessels - division 2 – alternative rules. New York, N.Y., USA, July, 2001, 478p.
- [5] - American Society for Mechanical Engineers, New York, NY, USA. ASME boiler and pressure vessel code – section IX; welding and brazing qualifications. New York, N.Y., USA, 2001, 278p.
- [6] - American Society for Metals. *Metals handbook: failure analyses and prevention*, Ohio, USA: ASM, 8.ed, Aug., 1975, v.10, pp. 78-79, 307, 394.

[7] - American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA. ASTM Designation A 387/A 387M; standard specification for pressure vessel plates, alloy steel, Chromium-Molybdenum, 1999, 5 p.

[8] - American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA. ASTM Designation A 336/A 336M; standard specification for alloy steel forgings for pressure and high temperature parts, 1999, 7 p.

[9] - American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA. ASTM Designation E 1820; standard test method for measurement of fracture toughness, rev. A, 1999, 34 p.

[10] - American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA. ASTM Designation E 1290; standard test method for crack-tip opening displacement (CTOD) fracture toughness measurement, 1999, 12 p.

[11] - American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA. ASTM Designation E 399; standard test method for plane-strain fracture toughness of metallic materials, 1990, reapproved 1997, 31 p.

[12] - American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA. ASTM Designation E 1823; standard terminology relating to fatigue and fracture toughness, 1996, 20 p.

[13] - American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA. ASTM Designation E 23; standard test method for notched bar impact testing of metallic materials, 2000, 25 p.

[14] - American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA. ASTM Designation A 370; standard test methods and definitions for mechanical testing of steel products, 1997, 52 p.

- [15] - American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, USA. ASTM Designation E 112-96; standard test methods for determining average grain size, 1996, 24 p.
- [16] - Anderson, T. L. *Fracture mechanics: fundamentals and applications*. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 2. ed., 1994, 688 p.
- [17] - Atkins, M., Met, B. *Atlas of continuous cooling diagrams for engineering steels*. London, England, British Steel Corporation, 1980, p.195.
- [18] - Bhadeshia, H.K.D.H. Design of ferritic creep-resistant steels. *ISIJ International*, v.41, (6), pp.626-640, 2001.
- [19] - Bhadeshia, H. K. D. H., Strang, A., Banks, W. M., Conroy, R. D., Goulette, M. J. Power Plant Steels: Remanent life assesment and the approach to equilibrium. In: 4th International Charles Parsons Turbine Conference, Advances in Turbine Materials, Design and Manufacturing, Institute of Materials, London, UK, 1997, pp.718-741.
- [20] - British Standard Institute, London, England. BS 7448 – fracture mechanics toughness test – Part 1. method for determination of  $K_{Ic}$ , critical CTOD and critical J values of metallic materials, 1991, 37 p.
- [21] - British Standard Institute, London, England. BS 7448 – fracture mechanics toughness test – Part 2. method for determination of  $K_{Ic}$ , critical CTOD and critical J values of welds in metallic materials, 1997, 30 p.
- [22] - Böhler Thyssen Welding USA, Chrome-moly and the embrittlement factors, internet:<http://www.btwusa.com/html/ppf8.html>, 2002, pp. 1-2.
- [23] - Buscemi, C. D., Jack, B. L., Skogsberg, J. W., Erwin, W. E. Temper embrittlement in  $2^{1/4}$  Cr-1 Mo steels after 75,000-hour isothermal aging. *Journal of engineering materials and technology*, v.113, pp.329-335, 1991.

- [24] – Dieter, G. E. *Mechanical metallurgy*. London, England: McGraw-Hill Book Company, SI metric edition, 1988, 751 p.
- [25] - Erwin, W.E. e Kerr, J.G. The use of quenched and tempered 2<sup>1</sup>/<sub>4</sub>Cr-1Mo steel for thick wall reactor vessels in petroleum refinery processes: an interpretative review of 25 Years of research and application. New York, USA: *Welding Research Council*, v.275, 64 p, Feb., 1982.
- [26] - Hertzberg, R. W. *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*, USA: John Wiley & Sons, 4.ed, 1996, 680 p.
- [27] – Inoue, A., Masumoto, T. Carbide reactions ( $M_3C \rightarrow M_7C_3 \rightarrow M_{23}C_6 \rightarrow M_6C$ ) during tempering of rapidly solidified high carbon Cr-W and Cr-Mo steels. *Metallurgical transactions A*, v.11A, pp.739-747, 1980.
- [28] - International Standard Organization, Geneve, Switzerland. *ISO 12737; Metallic materials – determination of plane-strain fracture toughness*, 1.ed., 1996, 18 p.
- [29] - Jorge, J. C. F. *Efeito da tensão no ciclo térmico de Step Cooling de metal de solda de aço 2,25Cr-1Mo*, Relatório Técnico, Rio de Janeiro, RJ: Departamento de Pesquisa e Pós-Graduação, CEFET-RJ, Agosto, 1995.
- [30] - Jorge, J. C. F., *Fragilização pelo revenido de metal de solda de aço 2,25Cr-1Mo*, Relatório Técnico, Rio de Janeiro: Departamento de Pesquisa e Pós-Graduação, CEFET-RJ, Junho 1994, 30 p.
- [31] - Jorge, J. C. F. , Souza, L. F. G. , Mello, C. T. S. *Estudo do comportamento mecânico e microestrutural de junta de aço 2,25Cr-1,0Mo submetido ao fenômeno de fragilização pelo revenido*, Relatório Técnico 1, Rio de Janeiro, RJ: Departamento de Pesquisa e Pós-Graduação, CEFET-RJ, Junho 1997, 60 p.

- [32] - Kessler, S. G. *Avaliação microestrutural do aço 2,25%Cr-1Mo submetido a ensaios em condições relevantes para a indústria petroquímica*, Rio de Janeiro: Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Maio 2000, 139 p. Dissertação (Mestrado).
- [33] – Krauss, G. *Steels: heat treatment and processing principles*. Ohio, USA: ASM International, 1.ed., 2.pr, May, 1993, pp.78-87, 236–239.
- [34] – Lalam, S. H., Bhadeshia, H. K. D. H., Mackay, D. J. C. Bruscato factor in temper embrittlement of welds. *Science and technology of welding and joining*, v.5, (5), pp.338-340, 2000.
- [35] – Moss, C. J., Kelly, P. M. The Mechanisms and detection of embrittlement in Cr-Mo pressure vessel steel. *Fatigue and fracture of engineering and structures ltd*, v.17, (3), pp. 369-380, 1994.
- [36] - Murakami, Y., Nomura, T., Watanabe, J. Heavy section 2 ¼ Cr – 1 Mo steel for hydrogen reactors. In: Symposium on the Application of 2,25 Cr – 1 Mo Steel for Thick Wall Pressure Vessels, Denver, Colorado, USA: American Society for Testing and Materials, May, 1980, pp.383-417.
- [37] – Murza, J. C., McMahon Jr., C. J. The effects of composition and microstructure on temper embrittlement 2<sup>1</sup>/<sub>4</sub> Cr-1 Mo steel. *Journal of engineering materials and technology*, v.102, pp.369-375, 1980.
- [38] – Nawrocki, J. G., Dupont, J. N., Robino, C.V., Marder, A.R. The stress-relief cracking susceptibility of a new ferritic steel – Part 2: multiple-pass heat-affected zone simulations. *Welding research supplement*, pp.18-24-s, Jan. 2001.
- [39] - Paulo, L. A. B. F. *Estudo do efeito de tratamentos térmicos de simulação de fragilização pelo revenido em juntas soldadas do aço 2,25%Cr-1,0%Mo*, Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, Março 1998, 128 p. Dissertação (Mestrado).

- [40] – Peddle, B. E., Pickles, C. A. Carbide development in the heat affected zone of tempered and post-weld heat treated 2,25Cr-1Mo steel weldments. Kingston, Ontario, Canada, *Canadian metallurgical quarterly*, v.40, (1), pp. 105-126, 2001.
- [41] – Pope, A. , *Curso de mecânica da fratura: tenacidade de metais de solda*, Rio de Janeiro, RJ: Petrobras/Serec/Cen-Sud, Junho 1997, pp. 2-28.
- [42] – Prescott, G. R. Material problems in the hydrocarbon processing industries. *Metal progress*, v.113, pp.24-30, July, 1981.
- [43] – Qu, Z., McMahon Jr., C. J. The effects of tempering reactions on temper embrittlement of alloy steels. *Metallurgical transactions A*, v.14A, pp.1101-1108, 1983.
- [44] – Song, S. H., Faulkner, R. G., Flewitt, P. E. J. Quenching and tempering-induced molybdenum segregation to grain boundaries in a 2.25Cr-1Mo steel. *Materials Science & Engineering*, v.A281, pp.23-27, 2000.
- [45] – Souza F. , B. , G. *Avaliação do crescimento de trinca sob regime de fluência de uma junta soldada de aço 2,25%Cr-1%Mo*, Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro, Março 2001, 76 p. Dissertação (Mestrado)
- [46] - Teixeira, J, C. G. , Pope, A. M. , Jorge, J. C. F. , Souza, L. F. G. , Efeito da tensão no mecanismo de fragilização pelo revenido de metal de solda de aço 2,25%Cr-1,0%Mo. Em: XXII Encontro Nacional de Tecnologia da Soldagem, Associação Brasileira de Soldagem, 1996, v.1, pp. 1-11.
- [47] – Tsay, L. W., Liu, C. C., Chao, Y. H., Shieh, Y. H. Fatigue crack propagation in 2.25Cr-1.0Mo steel weldments in air and hydrogen. *Materials Science & Engineering*, v. A299, pp.16-26, 2001.

- [48] - Tokimatsu, R. C. *Influência de parâmetros microestruturais e procedimentos de ensaio, no comportamento mecânico de um aço de ultra-alta resistência e baixa liga*, Campinas: Universidade Estadual de Campinas, Março 1995, 440 p. Tese (Doutorado).
- [49] – Wada, M., Furkase, S. Nishikawa, O. Role of carbides in the grain boundary segregation of phosphorous in a 2.25 Cr-1 Mo steel. *Scripta metallurgica*, v.16, pp. 1373-1378, 1982
- [50] – Watanabe, J., et al., Temper embrittlement of 2<sup>1</sup>/<sub>4</sub> Cr-1Mo pressure vessel steel In: ASME, 29<sup>th</sup> Annual ASME Petroleum-Mechanical Engineering Conference, Dallas, Texas, USA, Sep. 1974.
- [51] – Wells, A. A., Unstable crack propagation in metals: Cleavage and Fast Fracture. In: Proceedings of the Crack Propagation Symposium, Cranfield, UK, 1961, Vol. 1, p. 84.
- [52] – Wignarajah, S., Masumoto, I., Takashi, H. Evaluation and simulation of the microstructural changes and embrittlement in 2<sup>1</sup>/<sub>4</sub> Cr-1Mo steel due to long term service. *ISIJ International*, Vol. 30, (1), pp.58-63, 1990.
- [53] – Yu, J., McMahon Jr., C. J. The effects of composition and carbide precipitation on temper embrittlement of 2.25 Cr-1 Mo steel: part I. effects of P and Sn. *Metallurgical transactions A*, v.11A, pp.277-289, 1980.
- [54] – Yu, J., McMahon Jr., C. J. The effects of composition and carbide precipitation on temper embrittlement of 2.25 Cr-1 Mo steel: part II. effects of Mn and Si. *Metallurgical transactions A*, v.11A, pp.291-300, 1980.
- [55] – Yu, J., McMahon Jr., C. J. Variation of the fracture mode in temper embrittled 2.25 Cr-1 Mo steel. *Metallurgical transactions A*, v.16A, pp.1325-1331, 1985.