# EFEITOS DE *CLADDING* DE LIGAS DE NI DEPOSITADAS A *LASER* EM UM AÇO API SOBRE A MICROESTRUTURA DA ZONA TERMICAMENTE AFETADA

J. M. Á. de Paula<sup>(1)</sup>
G. L. Faria<sup>(1)</sup>
V. B. Trindade<sup>(1)</sup>
M. S. F. de Lima<sup>(2)</sup>

(1) Campus Universitário do Morro do Cruzeiro, Bauxita.
Ouro Preto-MG, CEP:35400-000
Universidade Federal de Ouro Preto
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais
(2) Praça Marechal Eduardo Gomes, 50, Vila das Acácias
São José dos Campos-SP, CEP:12228-900

#### RESUMO

Instituto Tecnológico de Aeronáutica

Nos últimos anos, a aplicação de dutos de aço para a exploração e condução de petróleo, gás e minérios está crescendo consideravelmente. Entretanto, os problemas de corrosão nos aços nestas aplicações ocorrem frequentemente. Assim sendo, a demanda por materiais metálicos de alta resistência mecânica e à corrosão em ambientes agressivos tem sido recorrente, principalmente na indústria petrolífera. Uma possibilidade de solução para esta questão que tem sido investigada por diversos pesquisadores é o recobrimento superficial de tubos de aço com camadas de ligas de elevada resistência à corrosão. Neste contexto, foi estudado neste trabalho, o efeito de cladding de ligas de Ni na microestrutura de um aço API. Superligas de Ni, Inconel 625 e Hastelloy C276, foram depositadas sobre a superfície de um tubo de aço API 5CT grau L80 pelo processo de deposição a laser. Estas amostras foram caracterizadas microestrutualmente e ensaios de microdureza foram realizados na interface liga-substrato. Os resultados mostraram que um gradiente microestrutural muito significativo é promovido no aço devido às deposições, e como consequência variações bruscas de dureza foram verificadas.

Palavras-chave: Tubos de aço, Inconel 625, Hastelloy, API 5CT grau L80.

## 1 INTRODUÇÃO

A utilização de tubulações de aço carbono ligados e microligados, para o escoamento de petróleo, gás e minérios vem se intensificando em países que detém estas matérias-primas <sup>(1)</sup>. Entretanto, problemas e falhas atrelados à corrosão são

frequentes, e ocorrem nas mais variadas atividades, como por exemplo, nas indústrias químicas, petrolíferas, petroquímicas, entre outras. Em virtude disto, a corrosão dos tubos pode ocasionar graves acidentes com sérias consequências, tanto para a preservação da natureza, quanto à segurança do homem <sup>(2)</sup>.

Grande parte dos fluidos processados em uma indústria petroquímica possui agentes corrosivos, que em contato com a superfície metálica do aço favorece a formação de óxidos e ácidos, que são nocivos à integridade da superfície metálica. Contudo, prever essas falhas hoje em dia se tornou um grande desafio, visto a dificuldade em se identificar os locais onde esta corrosão na parte interna dos dutos está ocorrendo <sup>(3)</sup>.

Dada a importância do problema em questão, principalmente para a indústria petroquímica, torna-se viável o estudo de alternativas para evitar este tipo de corrosão nas paredes internas das tubulações. Uma das opções que vem sendo estudada é a aplicação de revestimentos especiais com elevada resistência à corrosão no interior dos dutos, como por exemplo de superligas de níquel (4-11).

Este processo de deposição a *laser* de superligas vem sendo estudado ultimamente, tendo grande foco sobre o entendimento dos revestimentos, porém com pouca ênfase no substrato. Logo, nesse contexto, este trabalho se propôs a investigar o efeito da deposição a *laser* de superligas de níquel, Inconel 625 e Hastelloy C276, na microestrutura e microdureza do aço próximo à interface superliga/aço, de um aço API 5CT grau L80, comumente utilizado na confecção de tubos sem costura.

#### **2 MATERIAIS E MÉTODOS**

Amostras de Inconel 625 e Hastelloy C276 foram depositadas a laser em um substrato de um aço API 5CT, grau L80. Tal procedimento de soldagem foi realizado em parceria com o ITA-CTA. Os parâmetros utilizados no processo de deposição das ligas por soldagem a *laser* foram: velocidade de 240mm/min; potência de 10kW; alimentação de 100% e lente 1/36. O aço utilizado como substrato foi produzido pelo Processo Mannesman de laminação a quente pela Empresa Vallourec & Sumitomo Tubos do Brasil (VSB) no qual, após laminado, foi submetido aos tratamentos térmicos de têmpera e, revenimento. A Tab. 1 fornece a composição química deste aço de acordo com a norma API.

Tabela 1 – Composição química nominal segundo a Norma API 5CT grau L80 (% em massa).

C <sub>máx</sub>	Mn	Ni	Cu <sub>máx</sub>	P <sub>máx</sub>	S <sub>máx</sub>	Si <sub>máx</sub>
0,43	1,9	0,25	0,35	0,03	0,03	0,45

As amostras do tubo de aço para deposição foram cortadas em torno CNC sob a forma de segmentos de tubos de seção quadrada, com dimensões de 50mm x 50mm x 15mm. Para facilitar o processo de análise em microscópio, as amostras, já com as ligas depositadas, foram cortadas transversalmente obtendo-se novas dimensões 50mm x 5mm x 15mm (Fig. 1).

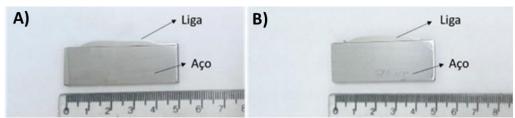


Figura 1 - Fotografia das amostras do aço revestido com as ligas: a) Hastelloy C276, b) Inconel 625.

Uma avaliação microestrutural das amostras foi realizada, com o auxílio da técnica de microscopia óptica (MO) de luz refletida no Microscópio Óptico Leica DM270M do Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica (LTM) da Escola de Minas, no software LAS-Leica, e também com o apoio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), da Oxford, no NanoLab da REDEMAT.

A partir das amostras apresentadas pela Fig. 1, foram confeccionados, por meio de procedimentos de corte refrigerado com disco de diamante, corpos de prova prismáticos com dimensões bem definidas, nas seções transversal, longitudinal e superficial, como apresenta a Fig. 2.

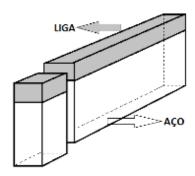


Figura 2 - Esquema do corte da amostra recebida, evidenciando a confecção de um corpo de prova.

Estes corpos de prova foram submetidos a uma sequência padrão de procedimentos para preparação metalográfica, no LTM (lixamento, polimento e ataque

químico). Após esta preparação, as amostras foram submetidas a ensaios de microdureza Vickers no equipamento Pantec, presente no LTM, com tempo de ensaio de 5s e 10gf de carga, e espaçamento de 0,1mm entre cada indentação. Em seguida, o aço no qual a liga foi depositada (substrato), foi atacado com uma solução de éter (50ml de éter, 80ml de água destilada, 2 gotas de HCl, 3 gramas de ácido pícrico e 25ml de detergente neutro. Agitação de 2 horas antes de usá-lo), durante 4 minutos e meio, e logo após Nital 2% durante 20 segundos. Com o aço dos corpos de prova já atacados, estes foram caracterizados através das técnicas de MO e MEV.

## **3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

Ensaios de microdureza foram realizados ao longo da amostra, partindo da extremidade da liga até o aço em sua matriz não afetada termicamente. A Fig. 3 e a Fig. 4 apresentam os resultados obtidos.

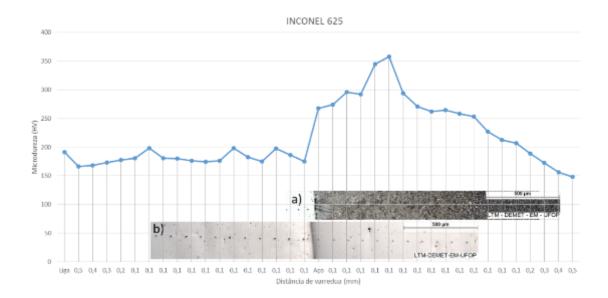


Figura 3 – Medidas de microdureza ao longo da amostra (carga de 10gf), iniciando na liga Inconel e finalizando no aço. Micrografias foram anexadas: a) Micrografia do aço. MO – 50x. Ataque Nital 2%. b) Amostra sem ataque, destacando as endentações. MO - 50x.

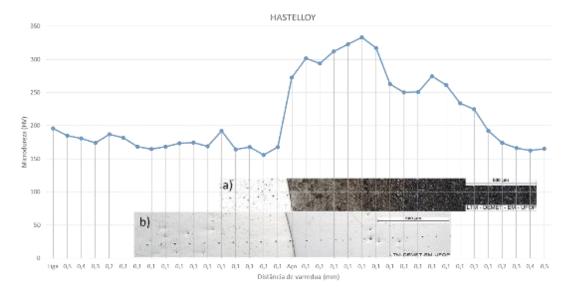


Figura 4 – Medidas de microdureza ao longo da amostra (carga de 10 gramas), iniciando na liga Hastelloy e finalizando no aço. Micrografias foram anexadas: a) Aço atacado com Nital 2%, aumento de 50x, b) Amostra sem ataque, destacando as indentações, com aumento de 50x.

Após a análise das Fig. 3 e Fig. 4, percebe-se que a dureza ao longo das duas ligas, em seu estado bruto de fusão, é praticamente constante, com uma média em torno de 180HV para ambas. Já no aço, a dureza varia na ZTA, dependendo da região na qual a indentação é feita, atingindo o seu valor máximo (em média 345HV) a aproximadamente 0,5mm da interface, e se estabilizando na matriz, que não foi afetada termicamente. Esta variação de dureza no aço é observada similarmente para a as duas amostras.

Esta região é conhecida como zona termicamente afetada (ZTA). Analisandose a região mais próxima da interface, verifica-se possivelmente a presença de
martensita grosseira com morfologia majoritária de ripas, juntamente com bainita,
como apresenta a Fig. 5 letra A). À medida que se distancia da interface, é notório o
refinamento desta microestrutura, como é representado pela Fig. 5 letra B). Na Fig. 5
B), percebe-se uma transição entre uma microestrutura martensítica fina para uma
zono mista entre martensita e ferrita (áreas brancas na Fig.5 B) na parte da ZTA. À
medida que desloca-se para a direita da ZTA, na Fig. 5 letra C), percebe-se a
transição entre a microestrutura mista (martensita e ferrita) para ferrita, sendo que
esta é oriunda de martensita revenida (microestrutura da matriz).



Figura 5 – Micrografia do aço: A) na interface liga/aço, apresentando martensita grosseira nesta região. B) afastada da interface liga/aço, apresentando uma martensita mais refinada nesta região. C) zona de transição entre ZTA e matriz. MO - 200x. Ataque Nital 2%.

Logo, percebe-se que a variação desta microdureza está ligada diretamente às diferentes microestruturas presentes na ZTA, na qual grande parte foi completamente austenitizada devido ao aporte térmico experimentado durante o processo de soldagem. As diferentes regiões apresentadas anteriormente foram caracterizadas também ao MEV, após o ataque com solução de éter e nital 2%, sendo apresentadas pela Fig. 6.

A Fig. 6 A) ilustra as duas regiões da ZTA, com um aumento de 80x. A primeira região se localiza próxima à interface liga/aço, apresentando uma microestrutura martensítica, com um comprimento médio de 0,06mm. Já a segunda região possui uma microestrutura ferrítica com presença também de martensta, apresentando um comprimento médio de aproximadamente 0,12mm.

As demais imagens (b; c; d; e) foram adquiridas com maior aumento original, de 2000x, na qual (b) destaca os grãos austeníticos grosseiros, indicando que esta região foi submetida a uma temperatura de austenitização relativamente mais alta que as demais regiões austenitizadas; c) região de transição de grãos austeníticos maiores para grãos menores, indicando uma diminuição gradual na temperatura de austenitização a medida que se desloca da interface liga/aço para o centro do aço.

Pode-se inferir que, a partir desta região ( lado direito da Fig. 6 (c)), não há austenitização completa, indicando o início da presença de ferrita primária; d) região com presença de grãos austeníticos muito pequenos, em conjunto com grãos ferríticos primários, evidenciando uma temperatura de austenitização baixa (entre as linhas A1 e A3 do diagrama de fases) e (e) região de transição entre grãos austeníticos muito pequenos e onde o aço não foi austenitizado, devido à

temperatura na região não ter sido elevada o suficiente para promover a austenitização.

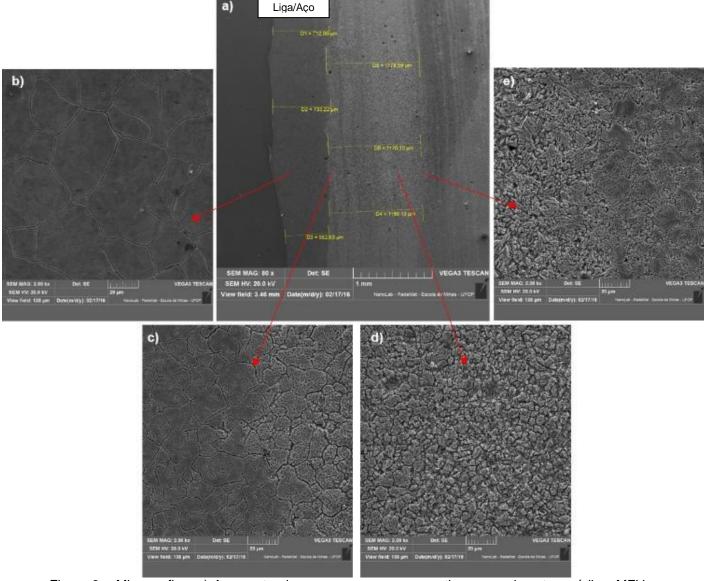


Figura 6 – Micrografias: a) Apresentando as zonas e seus respectivos comprimentos médios. MEV - 80x. b) grãos austeníticos grosseiros, c) transição entre grãos grosseiros e grãos menores, d) grãos austeníticos muito pequenos e e) Transição entre região austenitizada e não austenitizada. MEV - 2000x. Ataque com solução de éter e Nital 2%.

Sabe-se que o tamanho de grão austenítico influencia significativamente na morfologia e propriedades mecânicas da martensita, sendo que, regiões austenitizadas com temperaturas muito acima da linha A3, apresentarão tamanhos de grão austeníticos maiores, logo com uma dureza final relativamente mais baixa. Já as regiões austenitizadas com temperaturas próximas da linha A3, evidenciarão grãos austeníticos menores, apresentando uma dureza mais elevada da martensita (12,13,14).

Portanto, percebe-se que os picos de dureza apresentados anteriormente (Fig. 3 e Fig. 4) ocorrem na região representada pela Fig. 7 (e), onde o tamanho de grão austenítico se registra como o menor. Isto acarreta em uma martensita mais refinada, de maior resistência mecânica.

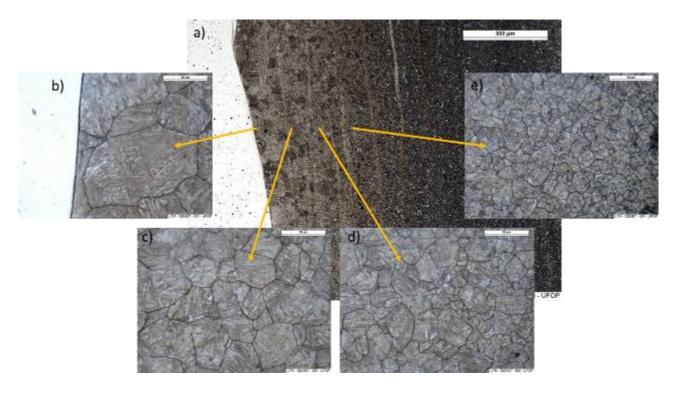


Figura 7 – Micrografia do aço: a), evidenciando as diferentes morfologias da martensita. MO - 50x. Ataque Nital 2%. b) Micrografia do aço, evidenciando a diminuição do tamanho de grão austenítico seguindo as imagens b), c), d) e e) respectivamente. MO - 500x. Ataque solução de éter e depois Nital 2%

Para justificar a variação da microdureza no substrato, dois gráficos esquemáticos foram construídos, sendo que um representa a variação das fases existentes no aço em função do aporte térmico de soldagem, e o outro representa a variação da dureza nestas regiões (Fig. 8).

Nota-se que da interface até uma certa distância (de aproximadamente 0,5mm), o aço foi submetido a uma temperatura acima de A3 (próximo de 870°C para o aço em questão). Esta temperatura é maior próxima à interface, e vem decaindo a medida que se afasta-se desta interface liga/aço. Devido a este decaimento da temperatura, esta região possui grãos austeníticos grosseiros próximo à interface, e a medida que afasta-se desta interface, os tamanhos destes grãos diminuem significativamente. Este fato confere um valor máximo de dureza na região de menor tamanho de grão austenítico, como já foi observado anteriormente.

Entre 870°C e 700°C sua dureza decai, devido a austenitização parcial da estrutura, mantendo ainda uma fração significativa de ferrita primária. Entre 700°C e 650°C, não há transformação de fase, entretanto, a matriz (martensita revenida a 650°C) passa novamente por um revenimento, justificando o decaimento da dureza abaixo da dureza da matriz. Abaixo de 650°C a matriz já não é afetada, permanecendo com sua dureza aproximadamente constante.

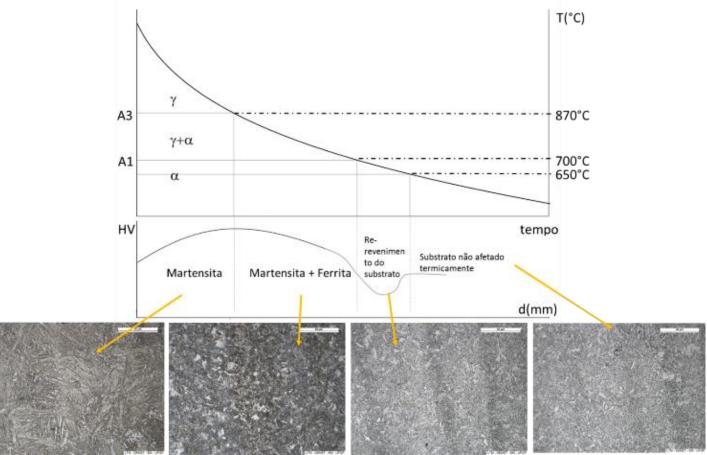


Figura 8 – Representação do aporte térmico ao qual o aço foi submetido durante o processo de soldagem, indicando as fases presentes em regiões nas quais houve variação da microdureza.

## **4 CONCLUSÕES**

Foi observada uma variação significativa na dureza do aço próxima à interface superliga/aço. Esta região, conhecida como ZTA, passa por um pico de dureza a aproximadamente 0,5mm da interface, atingindo em média 345HV. Após este pico citado, a dureza volta a cair, atingindo assim o valor da matriz (em torno de 160HV), região esta que não foi afetada termicamente pelo processo de soldagem.

Esta variação da dureza na região da ZTA está ligada ao fato das diversas microestruturas presentes nesta zona. Isto se dá pelo fato de que o aporte térmico, no qual o aço é submetido pelo processo de soldagem, varia à medida que se avança para o interior, a partir da interface.

O pico de dureza está relacionado ao tamanho de grão austenítico. A região do aço que foi completamente austenitizada se submeteu a um gradiente de temperatura. Isto implica em regiões com diferentes tamanhos de grão austenítico, levando a dureza a atingir seu pico na região onde o tamanho de grão austenítico é o menor possível.

## **5 REFERENCIAS**

- 1. SANTOS, M. C., PINHEIRO, C. L., FILHO, J. C. A. C. Investigation of the corrosive process caused by pulp bauxite in pipeline carbon steel. Revista Matéria, v. 20, n. 1, p. 178-184, 2015.
- SANTANA, R. A. C., PRASAD, S., SANTANA, F. S. M. Revestimento Eletrolítico Com Uma Liga Amorfa De Ni-W-B, Resistente À Corrosão E Ao Desgaste. Eclética Química, v. 28, n. 1, p. 69-76, 2003.
- NÓBREGA, A. C. V., BARBOSA, A. F. F., SILVA, D. R., PIMENTA, G. S., PEIXOTO, D. G. Estudo De Caso - Corrosao Interna Em Dutos Transportadores De Gás Natural. Rio de Janeiro: 2º Congresso Brasileiro de P&D em Petróleo e Gás, 2003.
- SILVA, C. C., DE MIRANDA, E. C., MOTTA, M. F., DE MIRANDA, H. C., FARIAS, J. P. Minimization of Defects in Nickel-Based Superalloy Weld Overlay Deposited by the GTAW Cold Wire Feed Process. Soldagem e Inspeção, V. 19, n. 4, p. 323-332, 2014.
- 5. XING, X.; DI, X.; WANG, B. The effect of post-weld heat treatment temperature on the microstructure of Inconel 625 deposited metal. Journal of Alloys and Compounds, v. 593, p. 110-116, 2014.
- XU, F.; LV, Y.; LIU, Y; SHU, F.; HE, P.; XU, B. Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Inconel 625 Alloy during Pulsed Plasma Arc Deposition Process. JMST, v. 29(5), p. 480-488, 2013.

- SHAKIL, M.; AHMAD, M.; TARIQ, N. H.; HASAN, B. A.; AKHTER, J. I.; AHMED, E.; MEHMOOD, M.; CHOUDHRY, M. A.; IQBAL, M. Microstructure and hardness studies of eléctron beam welded Inconel 625 and stainless steel 304L. Vacuum, v.110, p. 121-126, 2014.
- 8. MA, G.; WU, D.; NIU, F.; ZOU, H. Microstructure evolution and mechanical property of pulsed laser welded Ni-based superalloy. Optics and Lasers in Engineering, v.72, p. 39-46, 2015.
- LI, S.; WEI, Q.; SHI, Y.; ZHU, Z.; ZHANG, D. Microstructure Characteristics od Inconel 625 Superalloy Manufactured by Selective Laser Melting. Journal of Materials Science and Technology, p. 1-7, 2015.
- 10.FERREIRA, L. S. Microestrutura e Propriedades de Revestimentos de Liga Hastelloy C276 (NiCrMoW) Obtidos Por Plasma com Arco Transferido Sobre Aços API 5L e AISI 316L. Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2014.
- 11.DOS SANTOS, M. W. B. Aspectos Metalúrgicos de Revestimentos em Dutos Depositados com a Superliga de Níquel ERNiCrMo-4 Pelos Processos MIG Convencional e MIG com Adição de Arame Frio. Dissertação de mestrado, Universidade Federal do Pará. Belém, 2012.
- 12.LI, X.; MA, X.; SUBRAMANIAN, S. V.; SHANG, C.; MISRA, R. D. K. Influence of prior austenite grain size on martensite-austenite constituent and toughness in the heat affected zone of 700Mpa high strength linepipe steel. Materials Science and Engineering A, v. 616, p.141-147, 2014.
- 13. PRAWOTO, Y.; JASMAWATI, N.; SUMERU, K. Effect of Prior Austenite Grain Size on the Morphology and Mechanical Properties of Martensite in Medium Carbon Steel. JMST, v. 28(5), p. 461-466, 2012.
- 14.MARTINS, P. G. M., FARIA, G. L., GODEFROID, L. B., COSTA, R. T. Utilização de um Ataque por imersão na Caracterização da Influência da Temperatura e do Tempo de austenitização Sobre o Tamanho de Grão Austenítico e Morfologia da Martensita em um Aço do Tipo ABNT1045. 69° Congresso Anual da ABM, São Paulo, SP, 2014.

## **ABSTRACT**

In the last years, the application of steel pipes for the operation and driving of oil, gas and minerals is growing considerably. However, corrosion problems in its steels applications occur frequantly. Therefore, the demand for metallic materials with high mechanical and corrosion resistance in aggressive environments applicant has been needed in the oil industry. One possible solution to this issue that has been investigated by several researchers is the surface coating of steel pipes with layers of high corrosion resistance alloys. In this context, this work studied the cladding effect of Ni alloy on the microstructure of an API steel. Superalloys of niquel, Inconel 625 and Hastelloy C276, were deposited on the surface of a steel pipe API 5CT grade by laser deposition process. samples were characterized L80, These microstructurally and microhardness tests were done on alloy-substrate interface. The results showed that a significant microstructural gradient is promoted in the steel due to deposition, and consequently sudden hardness changes were observed.

Key-words: Steel pipes, Inconel 625, Hastelloy C276, API 5CT grade L80.