

## INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO PÓS-SOLDAGEM NA DUREZA DA ZTA DO AÇO 9%NI

Paloma Estebanez Marques Mineiro<sup>1</sup>

Karen Debora Cruz<sup>2</sup>

João da Cruz Payão Filho<sup>3</sup>

**Resumo:** O sistema de reinjeção de CO<sub>2</sub> nas camadas do pré-sal aumenta significativamente a produtividade dos poços e pode atingir a temperatura de -95°C na rápida descompressão em caso de falha. Como o sistema está sujeito a condições altamente corrosivas, a soldagem de revestimento dos tubos de aço 9% Ni com superliga de níquel pelo processo GTAW está sendo estudada. Segundo estudos prévios, o tratamento térmico pós-soldagem (TTPS) é recomendado devido à alta dureza da ZTA. Porém, estudos conforme a norma ASTM A333 grau 8 não atingiram os níveis desejados de dureza. Neste trabalho, foram analisados TTPSs em distintas condições de temperatura e tempo, procurando identificar a que melhor atende à aplicação. Após 40 condições de tratamentos testadas, ensaios de dureza e caracterização por microscopia, verificou-se que a mínima dureza ocorre na condição de duas camadas de revestimento tratadas a 600°C por 4h, devido à microestrutura similar ao metal base composta por matriz ferrítica com austenita reversa nos contornos de grãos.

**Palavras-chave:** Soldagem de revestimento; Aço 9% Níquel; Tratamento Térmico Pós-Soldagem

### INFLUENCE OF POST-WELDING HEAT TREATMENT ON HARDNESS OF 9% NI STEEL HAZ

**Abstract:** On Pre-salt fields, the system for re-injection of CO<sub>2</sub> increases the productivity of the wells and reaches -95°C on quick decompression at a failure event. As the system is subjected to highly corrosive conditions, cladding GTAW welds of 9% Ni steel pipes with nickel-based superalloy is being studied. According to previous studies, post-weld heat treatment (PWHT) is recommended due to the high hardness on HAZ. However, studies according to ASTM A333 grade 8 did not reach the desired levels of hardness. In this work, PWHT's were analyzed for different temperature and time conditions to identify the one that best suits the application. After 40 treatment conditions, hardness testing and microscopic characterization, it was verified that the minimum hardness occurs for the double layer coating condition and post-weld heat treatment at 600°C for 4h, due to a similar microstructure to the base metal, which is composed of a ferritic matrix with reverse austenite at grain boundaries.

**Keywords:** Cladding; 9% Nickel Steel, Post Welding Heat Treatment.

<sup>1</sup> Graduação em Engenharia Metalúrgica na Universidade Federal do Rio de Janeiro - 2017.

<sup>2</sup> Graduação em Engenharia Metalúrgica na Universidade Federal do Rio de Janeiro - 2017.

<sup>3</sup> Doutor em Engenharia (Dr.-Ing.), em engenharia mecânica, na Universidade Técnica de Aachen (RWTH-Aachen), Aachen, Alemanha – 1988. Mestre em Ciências (M.Sc.), em engenharia metalúrgica e de materiais, na Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro – 1981. Graduação em engenharia industrial metalúrgica, na Universidade Federal Fluminense (UFF), Rio de Janeiro – 1977.

## 1. INTRODUÇÃO

A exploração e produção de petróleo nos campos do Pré-sal levou a inovações como o sistema de reinjeção de CO<sub>2</sub>, que aumenta a produtividade dos poços e pode chegar à temperatura de -95°C na rápida descompressão, em caso de falha do poço. Por isso, um aço que possui alta tenacidade em baixas temperaturas, com o teor de níquel de aproximadamente 9% em peso, tem sido adotado para esta aplicação criogênica. No entanto, este sistema está sujeito a substâncias altamente corrosivas, como ácido carbônico e ácido sulfídrico, presentes na mistura de CO<sub>2</sub> úmido reinjetado. Assim, a soldagem de revestimento dos tubos deste aço com superliga de níquel, resistente à corrosão, por processo GTAW, está sendo estudada.

A norma NACE MR0175 requer dureza da ZTA e metal base inferior a 250 HV 10 para a qualificação a este ambiente de corrosão ácida. Estudo recente aponta que na condição soldada a ZTA apresenta estrutura martensítica-bainítica na zona de grãos grosseiros e finos com dureza acima de 250HV, tornando o tratamento térmico após soldagem necessário. Estudos posteriores sobre tratamento térmico das juntas soldadas segundo padrões da norma ASTM ainda não atingiram os níveis requeridos de dureza. Sendo assim, o objetivo deste trabalho é analisar diferentes condições de temperatura e tempo (além daquelas normalizadas) de tratamento térmico e sua influência metalúrgica, identificando aquela que melhor atende à aplicação.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

A empresa Vallourec forneceu dois tubos de aço 9% níquel revestidos internamente com uma superliga de níquel (inconel 625): um com uma camada de revestimento superliga de níquel, e outro com duas. A partir desses tubos, foram cortadas 42 amostras, sendo 40 delas submetidas a tratamentos térmicos nos tempos de 2h, 3h, 4h e 5h, e temperaturas 535°C, 550°C, 565°C, 585°C e 600°C (Tabela 1), e as outras duas amostras foram analisadas no estado como soldado. Ensaio de microdureza Vickers (HV0,1) e tratamentos estatísticos dos resultados de microdureza foram realizados, obtendo-se, assim, a melhor condição de

tratamento térmico.

Tabela 1 – Temperatura e tempos utilizados para a realização dos tratamentos térmicos.

		Tempo (h)			
		2	3	4	5
Temperatura (°C)	535	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4
	550	Amostra 5	Amostra 6	Amostra 7	Amostra 8
	568	Amostra 9	Amostra 10	Amostra 11	Amostra 12
	585	Amostra 13	Amostra 14	Amostra 15	Amostra 16
	600	Amostra 17	Amostra 18	Amostra 19	Amostra 20

As amostras foram fresadas para garantir o paralelismo entre as superfícies de ensaio e de apoio, lixadas, polidas e atacadas com o reagente Nital para diferenciar as três regiões: metal base (MB), zona termicamente afetada (ZTA) e metal de solda (MS). Cada uma das 42 amostras foi indentada para a aferição da dureza nas regiões mencionadas. Em cada amostra, há duas indentações no metal de solda, uma na zona de ligação, de 21 a 29 indentações na ZTA (de acordo com a extensão da ZTA), e em média 5 indentações no MB. As durezas foram feitas em duas regiões distintas: o centro de um dos passes e a região entre passes, em cada amostra (Fig. 1).

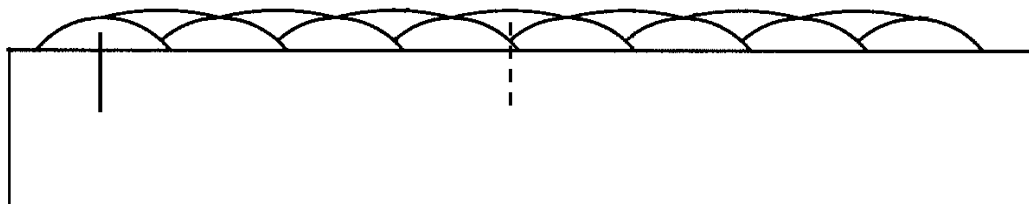


Fig. 1- Imagem esquemática do revestimento e como foram realizadas as microdurezas. Linha cheia: centro de um passe; linha tracejada: região entre dois passes.

Vale ressaltar que as regiões de centro de passes apresentam mais pontos de dureza e a ZTA das amostras com duas camadas de revestimento em geral são

mais compridas. A carga selecionada para o ensaio de dureza foi de 0,1 Kg para microindentação, o que fornece valores de dureza na unidade HV0,1, almejando que a distância entre as indentações fosse suficiente para acompanhar as variações microestruturais da ZTA. Com uma distância de 0,1 mm entre as indentações, a carga foi aplicada durante 30 segundos.

Os diferentes perfis de microdureza obtidos foram tratados estatisticamente no Excel com as funções de média móvel, desvio padrão, média aritmética, máximos, plotando diferentes gráficos para identificar relações entre as variáveis de tempo, temperatura, centro, entre passes, uma e duas camadas de revestimento, o que culminou com a seleção de perfis de dureza e amostras de interesse para as etapas de caracterização. Dessa forma, as melhores condições de tratamento térmico para uma e duas camadas de revestimento, condição similar ao melhor tratamento térmico de alívio de tensões de estudo anterior por (PASSOS, 2016) – 580°C por 2h, a pior condição termicamente tratada e as duas condições como soldadas (uma e duas camadas de metal de adição).

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de microdureza Vickers para as condições como soldadas apresentaram valores bastante elevados para qualificação em ambiente ácido, corroborando com (REDDO, 2015) e (PASSOS, 2016), sobre a necessidade de tratamento térmico para redução de dureza. Os ensaios de microdureza também revelaram que o ciclo térmico da segunda camada contribuiu para significativa redução de dureza em relação à condição de camada única tanto no centro dos passes quanto nos interpasses (Fig. 2 e Fig. 3).

Além disso, na condição de uma camada, comparando as durezas na zona interpasse e no centro, na zona de grãos grosseiros e finos, a dureza entre passes é menor que a dureza no centro. Mas isso se inverte na zona intercrítica (Fig. 4). Dessa forma, o centro e entre passes apresentaram durezas médias equivalentes: 352 HV0,1 e 353 HV0,1, respectivamente. Já na condição de duas camadas, apesar dos picos iniciais de dureza na região entre passes, o centro apresenta valores superiores de microdureza na zona de grãos grosseiros e interpasse

demonstrou durezas ligeiramente superiores a partir da zona intercrítica (Fig. 5). Logo, da mesma forma que na condição de uma camada, a durezas médias da ZTA tanto entre passes quanto no centro foram equivalentes e, respectivamente, iguais a 289 HV0,1 e 290 HV0,1.

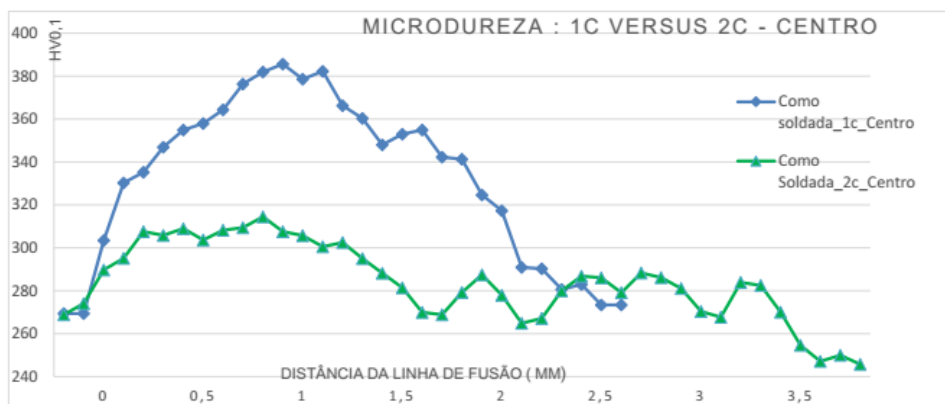


Fig. 2- Perfil de dureza da ZTA de uma camada versus duas camadas no centro de um passe.

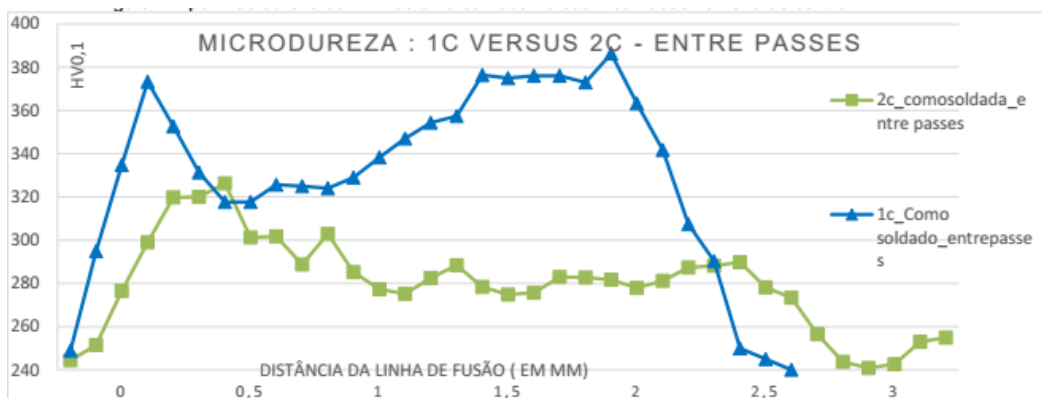


Fig. 3 - Perfil de dureza da ZTA de uma camada versus duas camadas entre dois passes.

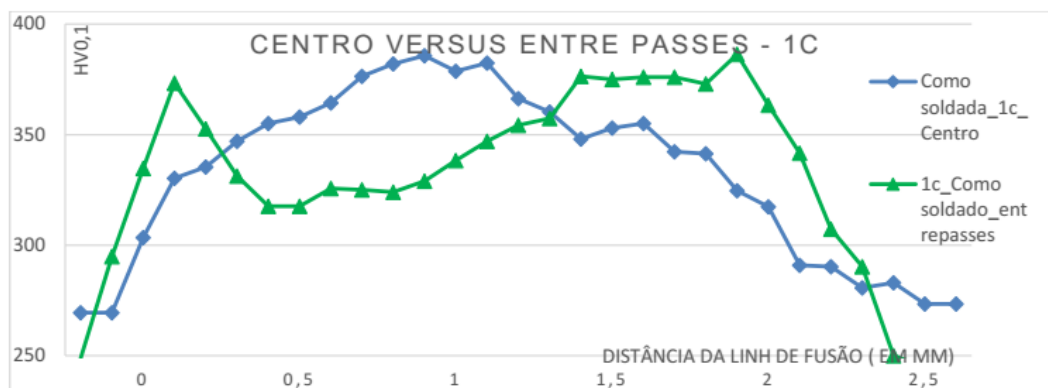


Fig. 4 - perfil de durezas da zona de centro versus entre passes da condição como soldada com uma camada..

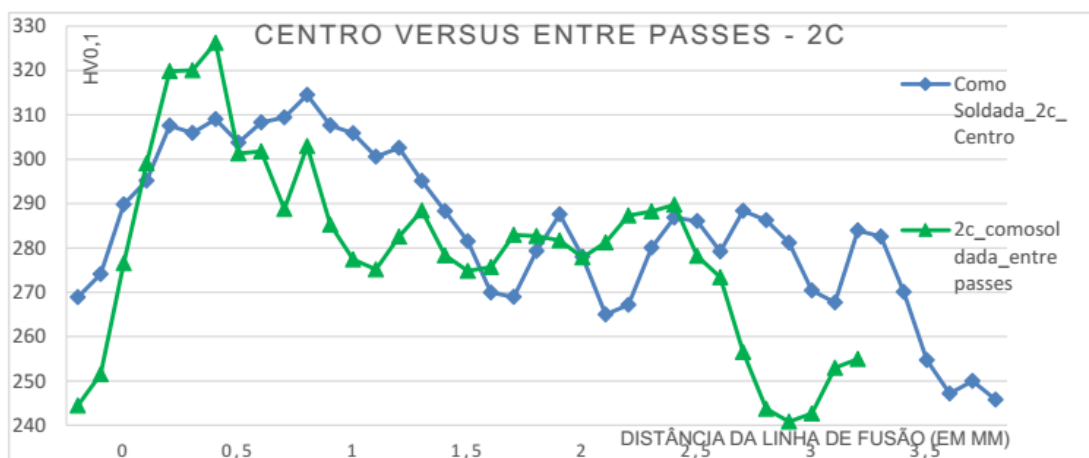


Fig. 5 - perfil de dureza da zona de centro versus entre passes da condição como soldada com 2 camadas.

A maior diferença de microdurezas entre centro e interpasses foi de 21 HV0,1 na condição de uma camada tratada a 550°C por 5h, que será analisada posteriormente. A comparação entre os perfis de dureza (Fig. 6) nesta condição demonstra que a principal redução de dureza na zona interpasse em relação ao centro se deu na zona de grãos grosseiros (ZGG).

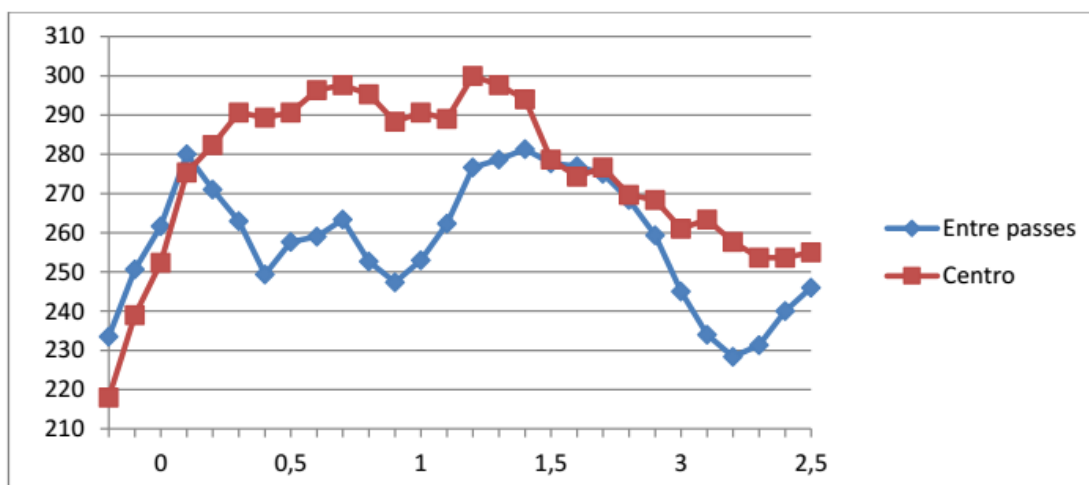


Fig. 6 - perfil de microdureza da zona de centro e interpasses na condição de tratamento a 500°C por 5h.

Os gráficos a seguir ilustram a influência dos parâmetros de números de camadas, tempo e temperatura dos tratamentos térmicos na microdureza média. Vale salientar que, como as durezas do centro de passes foram superiores, os

resultados abaixo referem-se a estas durezas, consideradas mais críticas. Em relação às condições de uma e duas camadas, as microdurezas do caso de duas camadas foram menores ou equivalentes (considerando o desvio padrão) às de camada única na maioria das condições tratadas termicamente. Os gráficos das Figs. 7 a 10 demonstraram que, à medida que a temperatura aumenta, as diferenças de dureza entre as duas condições são reduzidas em todos os tempos, atingindo valores correspondentes.

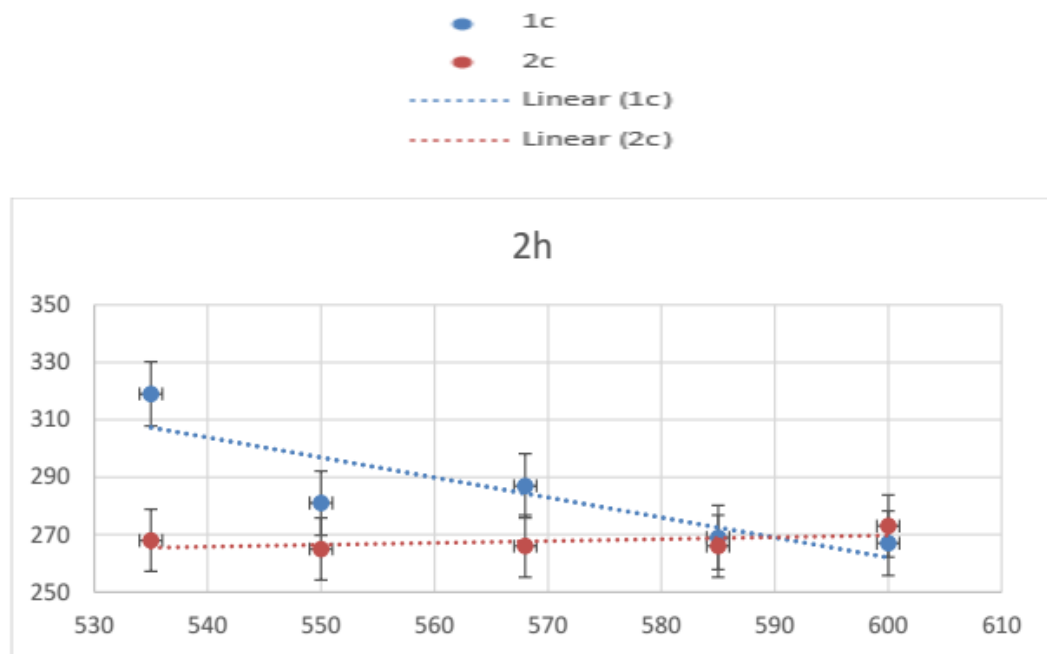


Fig. 7 - gráfico da dureza média de amostras com uma camada *versus* 2 camadas por temperatura no intervalo de 2h.

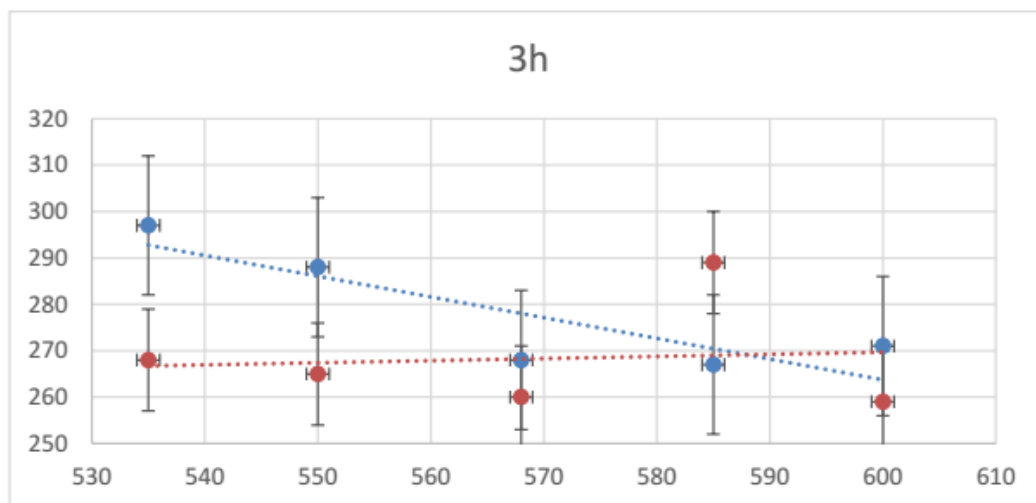


Fig. 8 - gráfico da dureza média de amostras com uma camada *versus* 2 camadas por temperatura no intervalo de 3h.

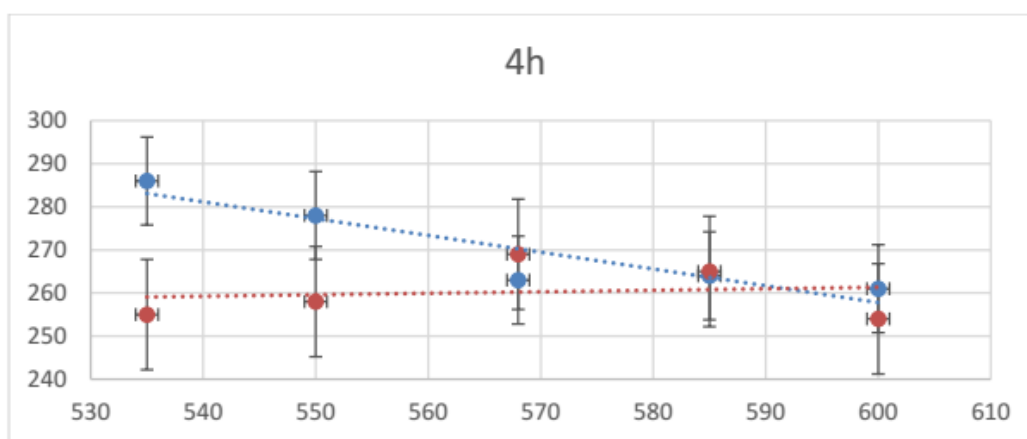


Fig. 9 - gráfico da dureza média de amostras com uma camada *versus* 2 camadas por temperatura no intervalo de 4h.



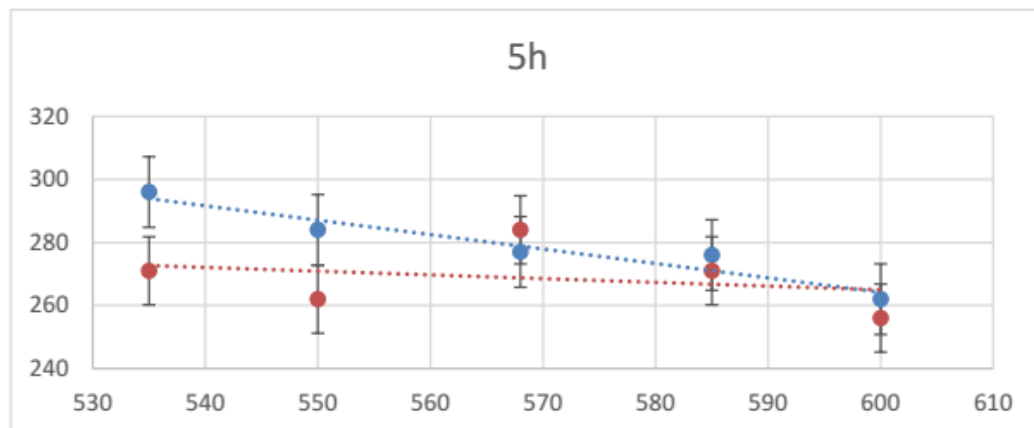


Fig. 10 - gráfico da dureza média de amostras com uma camada *versus* 2 camadas por temperatura no intervalo de 5h.

No caso das amostras de uma camada, o acréscimo de temperatura apresentou significativo impacto na redução de durezas em todos os tempos, sendo a dureza mínima em 600°C, a máxima temperatura testada. Além disso, o gráfico também destacou o tempo de 4h como aquele que permitiu a menor dureza média em todas as condições térmicas; já o tempo de 2h obteve o pior desempenho (Fig. 11).

Por outro lado, diferentes tempos de tratamento dos corpos de prova de duas camadas não apresentaram uma dependência convergente em relação à temperatura. Mas, as amostras obtiveram redução de dureza com o decorrer do tempo em quase todas as temperaturas, sobretudo para 600°C, atingindo valores de 254 HV0,1 após 4 horas. Diferentemente, foi obtido aumento de dureza com o tempo para alívios a 568°C, principalmente no tempo de 5 horas. De forma semelhante, mesmo com correlação da linha de tendência entre aumento do tempo e redução de dureza, no tempo de 3 horas, a amostra de 585°C apresentou a maior dureza média do experimento na condição tratada de 2 camadas (Fig. 12).

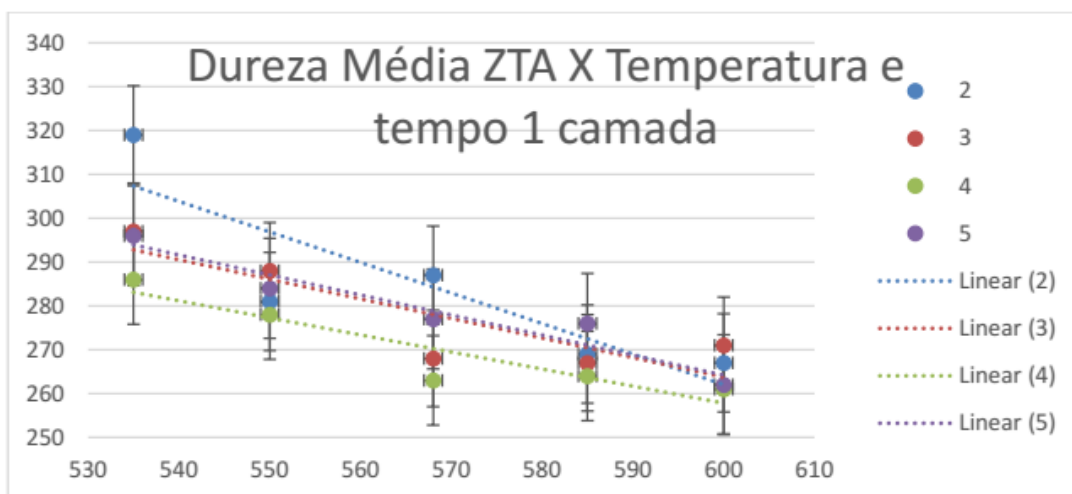


Fig. 11 - gráfico de dureza média da ZTA de amostras com uma camada por tempo e temperatura.

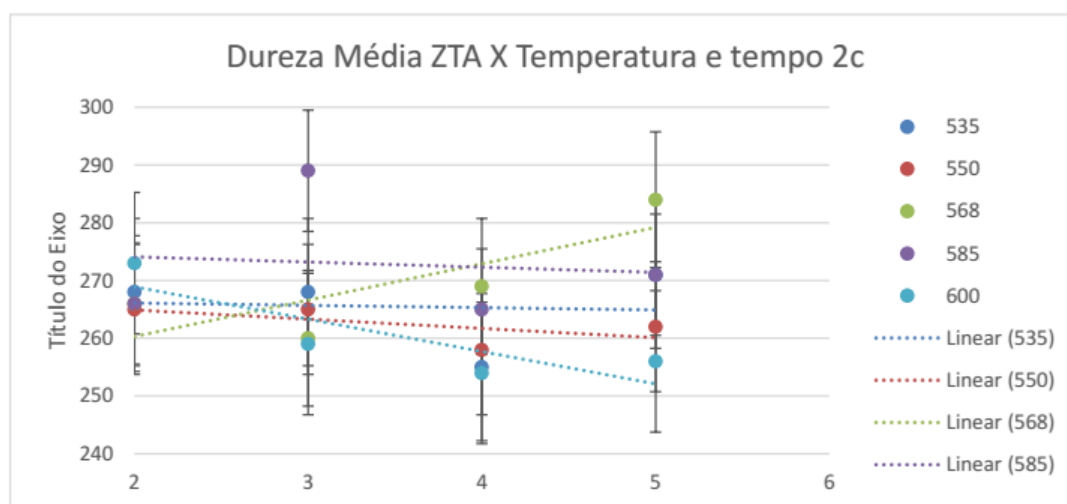


Fig. 12 - gráfico de dureza média da ZTA das amostras com 2 camadas por tempo e temperatura.

Ratificando os resultados das microdurezas médias, os gráficos de máxima dureza por condição convergem para o tempo de 4 horas e 600°C, como aquele em que as menores durezas máximas foram obtidas (Figs. 13 e 14).

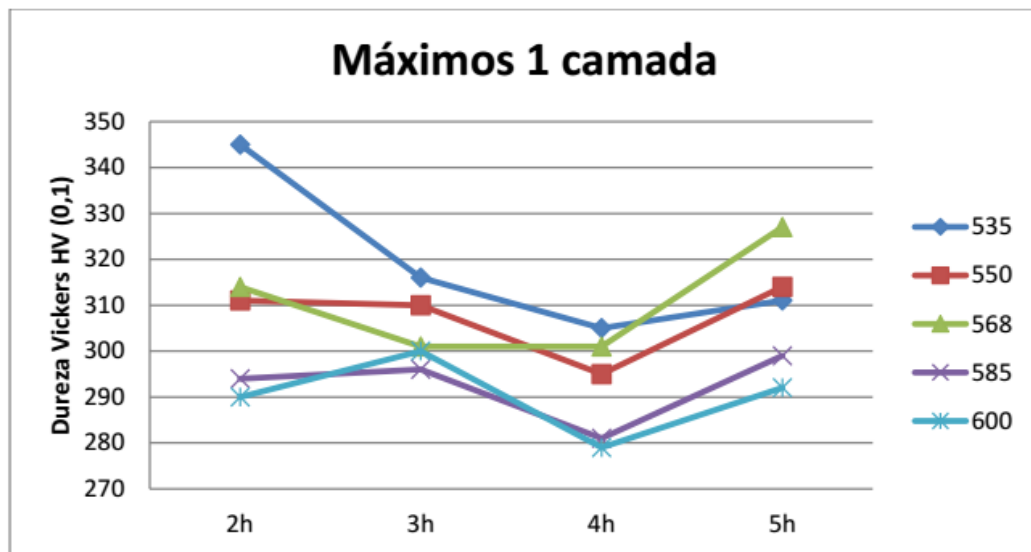


Fig. 13 - gráfico de durezas máximas em diferentes tempos e temperaturas para amostras com uma camada de revestimento.

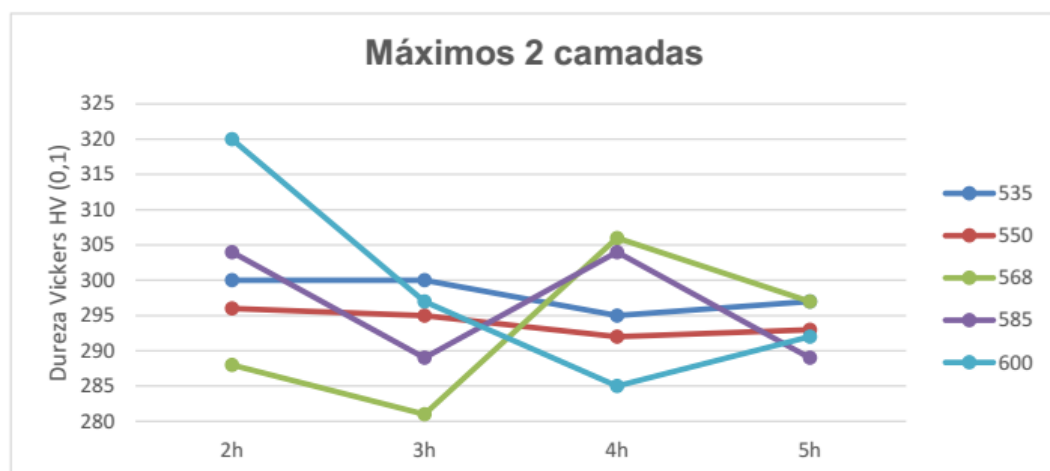


Fig. 14 - gráfico de durezas máximas em diferentes tempos e temperaturas para amostras com 2 camadas de revestimento.

Sendo assim, os resultados dos ensaios de microdureza Vickers apontaram que as melhores condições de tratamentos térmicos foram a 600°C por 4 horas para ambas as condições de números de camadas.

#### 4. CONCLUSÃO

O tratamento térmico pós-soldagem foi capaz de promover uma redução da dureza em 98 HV, sendo o melhor resultado o da amostra revestida com duas camadas tratada a 600°C por 4h, apresentando a menor dureza média ( $254 \pm 13$  HV). É possível perceber que a segunda camada de revestimento influenciou positivamente na redução da dureza, mesmo na condição como soldada – com dureza média 67 HV inferior à condição soldada de uma camada. De acordo com as análises de microdurezas nas amostras tratadas termicamente com duas camadas de revestimento, o aumento de temperatura do tratamento não modificou significativamente a dureza, revelando saturação da difusão nestas condições, uma vez que a amostra já havia passado por dois ciclos térmicos sucessivos.

O processo de soldagem de revestimento produz heterogeneidade entre a zona central e a zona entre passes, apresentando diferenças de microdurezas entre elas, tanto na condição soldada quanto na condição termicamente tratada. A dureza no centro é superior na maioria das condições, uma vez que a zona entre passes sofre a ação de calor dos passes vizinhos, sendo a zona de centro a mais crítica, do ponto de vista da dureza.

O perfil uniforme de durezas abaixo de 250 HV na ZTA definido pela norma NACE MR0175 não foi atingido nem neste estudo nem em estudos prévios realizados por (PASSOS, 2016), (REDDO, 2015) e (ZEEMANN, 2014). Pode ser um indício de que esta referência de valor de dureza não está adequada a um aço alta liga como o 9% níquel, cuja alta temperabilidade do aço 9% níquel induz microestrutura martensítica de elevada tensão residual durante o processo de soldagem, mesmo aquele de baixo aporte térmico, como o TIG. Até porque este critério da norma NACE foi definido para aço carbono ou baixa liga, como, por exemplo, aços com até 1%Ni.

Assim sendo, o tratamento térmico é uma alternativa eficaz na redução de dureza, a fim de viabilizar a aplicação deste material em aplicação em sistemas de reinjeção de CO<sub>2</sub> em presença de H<sub>2</sub>S.

## 5. REFERÊNCIAS

PASSOS, E. K. D., *Estudo da Microestrutura da ZTA do Aço 9Ni Através da Soldagem com Dupla Camada*, Universidade Federal do Rio de Janeiro, RJ, 2016.

REDDO, A. M., *Soldagem de Revestimento GTAW de Tubo de Aço 9% Ni com Superliga de Níquel 625 e sua Posterior Soldagem de Topo com Diferentes Processos*, Universidade Federal do Rio de Janeiro, RJ, 2015.

RODRIGUES, C. R., *Avaliação das Transformações de Fase do Aço com 9% de Níquel e ds Zonas Termicamente Afetadas Simuladas in situ com Difração de Raios-x Síncroton*, Universidade Federal Fluminense, RJ, 2016.

ZEEMANN, A., EMYGDIO, G., *9% Ni Steel Alloy for H2S Service*. Rio de Janeiro, Nace International, 2014.

Submetido em: 01 de setembro de 2018

Aceito em: 15 de abril de 2018