

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 O material soldado

O material utilizado neste projeto foi o aço inoxidável hiperduplex, identificado pela Unified Numbering System por UNS S32707, fabricado e comercializado pela Sandvik [<http://www.smt.sandvik.com>, consultada em 15 de Outubro de 2011] sob o nome SAF 2707 HD. A Tabela 17 apresenta a composição química esperada para o material e a composição do lote utilizado neste estudo, dados da ficha do material e do certificado de rastreabilidade do lote, respectivamente. A matéria prima foi fornecida na forma de tubos sem costura, no estado recozido, com diâmetro externo de 19,05 mm (3/4 polegada) e espessura de 2,24 mm.

Tabela 17 – Composição química do aço UNS S32707

| Elemento | Composição Química (% em peso) | |
|----------|--------------------------------|-----------------|
| | Padrão | Lote do projeto |
| C | max. 0,030 | 0,019 |
| Si | max. 0,5 | 0,22 |
| Mn | max.1,5 | 0,92 |
| P | max. 0,035 | 0,013 |
| S | max. 0,010 | 0,001 |
| Cr | 27 | 26,68 |
| Ni | 6,5 | 6,37 |
| Mo | 4,8 | 4,77 |
| N | 0,4 | 0,38 |
| Co | 1,0 | 0,96 |

Fonte: <http://www.smt.sandvik.com>, consultada em 15 de Outubro de 2011

Segundo o fabricante, o material deve apresentar uma microestrutura bifásica, formada por ferrita e austenita, com limite de escoamento a 0,2 de 700 MPa, Limite de resistência entre 920 e 1100 MPa, alongamento mínimo de 25% (medido em 50,8mm) e dureza de 34HRC (Sandvik, 2010).

2.2 Soldagem

O projeto utilizou processo de soldagem TIG autógeno (sem metal de adição), de forma manual. A solda foi realizada no sentido longitudinal do tubo. Para preparação das juntas a serem soldadas, duas amostras medindo 60 mm cada, foram retiradas do tubo, através do seccionamento em cortadeira metalográfica. Posteriormente, as amostras foram cortadas no sentido longitudinal, operação realizada com corte a fio por eletroerosão. A Figura 62 apresenta uma das amostras, após o corte a fio, pronta para a soldagem e a Figura 63 a amostra já fixada num torno de bancada, pronta para ser submetida ao processo de soldagem.

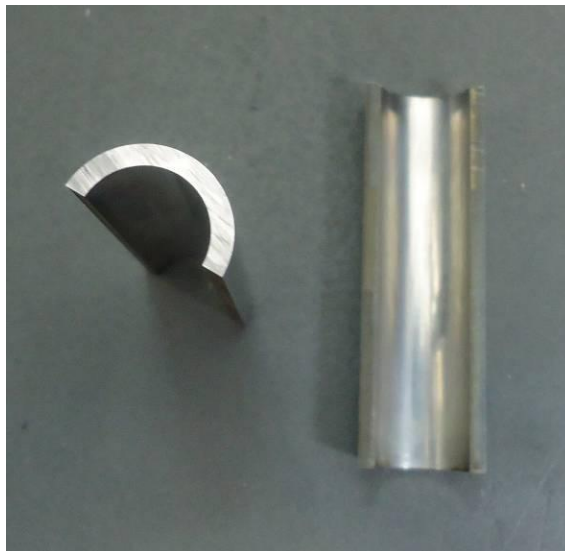


Figura 62 – Corpo de prova pronto para ser submetido ao processo de soldagem TIG autógeno manual.



Figura 63 – Amostra fixada no torno de bancada pronta para soldagem.

A operação de soldagem foi realizada no laboratório de soldagem do SENAI [<http://www.firjan.org.br>, consultada em 15 de outubro de 2011], utilizando a máquina da marca Eutectic, modelo Mig Pulse 4200. Uma das amostras foi soldada utilizando arco pulsado, e a outra, arco não pulsado, os demais parâmetros utilizados no processo foram os mesmos nas duas juntas, e são apresentados na Tabela 18.

Tabela 18 – Parâmetros de soldagem

| | Pulsado | Não Pulsado |
|------------------------|----------------------------|--------------------|
| Gás de proteção | Ar + 2,5 N ₂ | |
| Vazão do gás | 7 L/min | |
| Amperagem | 40 A (máx.) 16 A (mín.) | 40 A |
| Eletrodo | PH2 (2% Cu), Ø 1,3 mm | |
| Bocal | Ø 5,0 mm | |
| Tensão | 10,3 Volts | |

2.3 Preparação Metalográfica

Duas amostras transversais foram retiradas de cada junta soldada (totalizando 4 amostras, 2 arco pulsado e 2 arco não pulsado), utilizando uma cortadeira metalográfica da marca Arotec, modelo COR-40. Para melhor manuseio nas etapas de lixamento e polimento, as amostras foram embutidas em baquelite, numa prensa para embutimento metalográfico da marca Fortel. A etapa de lixamento sucedeu-se por meio de lixas metalográficas nas sequências das maiores granulometrias (180 mesh) até as menores (1200 mesh). Posteriormente, todas as amostras foram submetidas às sequências de polimento em pasta de diamante com granulometrias de 6 μ m a 1 μ m, até a obtenção de uma superfície especular. A Figura 64 apresenta algumas amostras após as etapas de embutimento, lixamento e polimento.



Figura 64 – Amostras após as etapas de embutimento, lixamento e polimento.

O ataque químico utilizado para revelar a microestrutura foi realizado com uma solução, denominada Behara, constituída de uma mistura de 100mL de água destilada, 20mL de ácido clorídrico (HCl) pureza analítica e 0,8g de metabissulfito de potássio ($K_2S_2O_5$). Segundo Martins (2006), o metabissulfito de potássio só deve ser adicionado na solução no momento do ataque, pois o seu período de atuação é

bastante curto. O ataque químico foi realizado em capela com sistema de proteção e de exaustão de gases, com a amostra mergulhada na solução por 90 segundos, sem agitação, a temperatura ambiente (25°C), e com a superfície que se desejava atacar voltada para cima. A preparação metalográfica das amostras foi realizada pouco antes do ataque. Interrompeu-se o ataque lavando-se a superfície da amostra com água, que depois foi seca com álcool pureza analítica e jato de ar quente.

Todas as amostras embutidas foram submetidas a esta mesma seqüência de preparação metalográfica e ataque químico por cinco vezes.

Para revelar a possível presença da fase sigma foi utilizado um ataque eletrolítico com solução aquosa de 200mL de água destilada e 40g de hidróxido de sódio (NaOH). A regulagem do equipamento foi feita manualmente, com diferença de potencial (tensão de corrente) de 12V. O tempo de ataque foi de 30 segundos a temperatura ambiente de 25°C.

O equipamento utilizado para os experimentos eletroquímicos foi uma cuba para ataque eletrolítico pertencente ao Laboratório de Caracterização de Materiais da UERJ (Figura 65). O eletrodo de referência usado foi uma pequena barra de aço inoxidável austenítico (uma pequena peça metálica, condutora, que serviu apenas para fechar o circuito e permitir que a reação ocorresse), cujas dimensões eram uma seção quadrada com lado de 10mm e 20mm de comprimento. Já o eletrodo de trabalho consistiu na amostra de interesse do aço inoxidável hiperduplex e os eletrólitos empregados neste ensaio foram os presentes na solução de hidróxido de sódio. Interrompeu-se o ataque do mesmo modo que no sistema Behara anteriormente descrito.

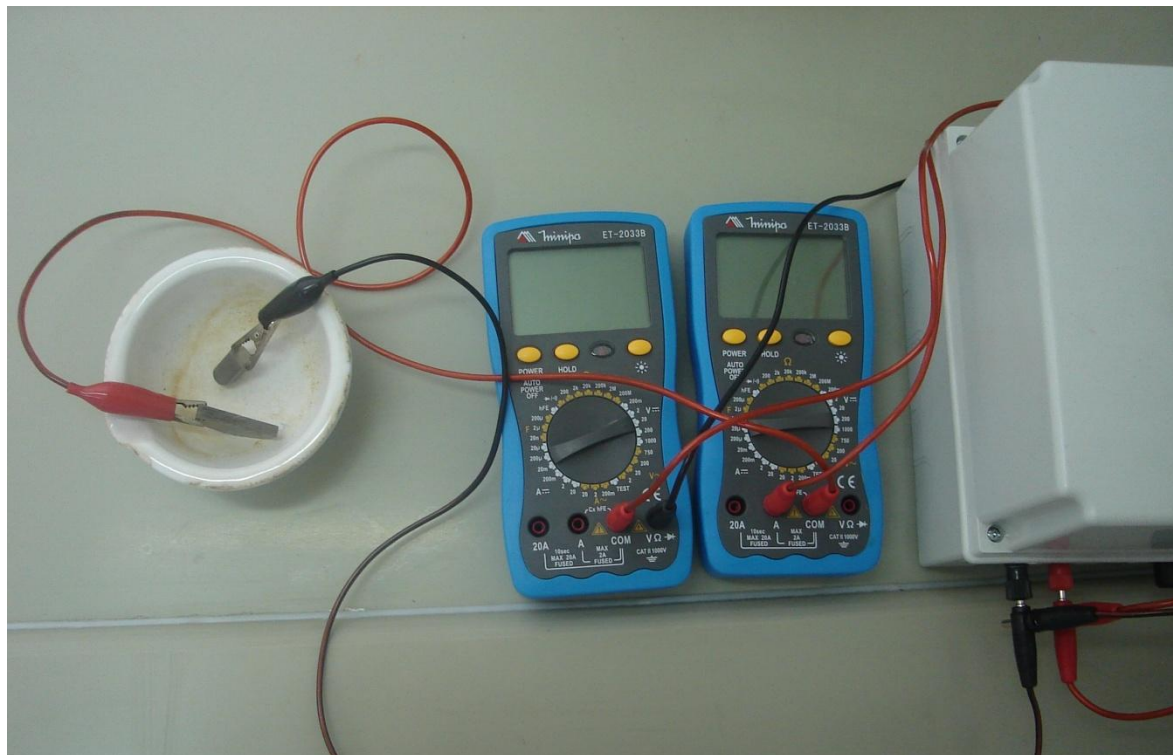


Figura 65 – A imagem ilustra o sistema utilizado no ataque químico eletrolítico das amostras soldadas.

2.4 Análise Macroscópica

Imagens macroscópicas das juntas soldadas foram obtidas utilizando-se um estereoscópio da Marca Olympus, modelo SZ 61 (Figura 66), equipado com câmera digital para captura de imagens.



Figura 66 – Estereoscópio Olympus SZ 61

2.5 Microscopia

2.5.1 Microscopia Óptica

Para análise microestrutural e captura das imagens foi utilizado um microscópio óptico pertencente ao laboratório de Caracterização de Materiais da UERJ, da marca Carl Zeiss, modelo Imager.M1m (Figura 67), equipado para aumentos de 50, 100, 500 e 1000 vezes, e câmera digital integrada ao computador para captura de imagens.



Figura 67 - Equipamento (microscopia óptica) instalado no Laboratório de Microscopia da Engenharia Mecânica da UERJ através do fomento recebido pelo Edital 05/2007 PROGRAMA “APOIO ÀS UNIVERSIDADES ESTADUAIS DO RIO DE JANEIRO – UERJ, UENF E UEZO” no ano de 2008.

Conforme já dito no item 2.3 deste Capítulo, cada amostra foi submetida cinco vezes a preparação metalográfica e ataque químico, sendo que após cada etapa a amostra era submetida à análise por microscopia óptica e obtenção de imagens. Este procedimento foi realizado com o objetivo de obter várias imagens de diferentes regiões do material (profundidades diferentes), para posterior caracterização por processamento digital de imagens. Desta forma, foram geradas imagens oriundas de cinco regiões diferentes da junta soldada para cada uma das amostras analisadas (um total de duas amostras para cada condição de soldagem). Assim, foram obtidas imagens de 10 regiões distintas para cada condição de soldagem.

2.5.2 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada com amostras apenas polidas e submetidas ao ataque químico Behara. Para amostras polidas foi utilizado um MEV de bancada da marca HITACHI, modelo TM 3000 (Figura 68) com sistema

acoplado para análise química semi-quantitativa por EDS (Energy Dispersive Spectroscopy), com software QUANTAX 70 para análise *line scan* (análise química ao longo de uma linha), operando sempre no modo elétrons retroespalhados (BSE – *backscattered secondary electrons*) a 5kV. Amostras atacadas foram analisadas por um MEV JEOL, modelo JSM-6490, operando a 20kV.



Figura 68 – Microscópio Eletrônico de Varredura HITACHI TM 3000 utilizado neste trabalho.

2.6 Processamento Digital de Imagens

O processamento digital de imagem foi realizado através do programa ImLab, disponível gratuitamente no endereço eletrônico <http://imlab.sourceforge.net/> (Acessado em: 20 Junho de 2011). O objetivo da utilização desta ferramenta e técnica foi determinar a fração volumétrica de ferrita e austenita nas juntas soldadas com arco pulsado e com arco não pulsado.

Dentro da etapa de processamento digital de imagem, foram realizadas etapas sequenciais de pré-processamento, etapas de segmentação, e etapas de pós-processamento. Finalmente, foram realizadas etapas de quantificação dos objetos da imagem, em que a fração de área ocupada por cada objeto / fase foi medida. Todas as etapas do tratamento digital de imagens foram realizadas utilizando conectividade 4 entre os “objetos”.

2.7 Ensaio de Microdureza

Com o objetivo de verificar se os processos de soldagem arco pulsado x arco não pulsado provocaram modificação na dureza do material, foram obtidos valores de microdureza Vickers. Perfis de dureza foram obtidos para uma amostra de cada junta soldada que foram preparadas metalograficamente e atacadas com o reagente Behara, tornando possível visualizar o limite entre o metal de base e a zona de fusão. Foi utilizado um microdurômetro da marca PanTec, modelo MV 1000A, equipado com câmera digital para captura de imagens. Todos os ensaios foram realizados segundo norma ABNT ISO 6507-1, com força de 0,9807N e tempo de aplicação de carga de 15 segundos.

A Figura 69 apresenta o esquema utilizado para o ensaio de microdureza, no qual a profundidade de penetração da solda (H) foi o parâmetro usado para a determinação da posição inicial do penetrador (na posição H/2 e centro da zona de fusão - ZF). As medidas de dureza foram realizadas a um passo de 0,25mm à partir da posição inicial, tanto para a direita quanto para a esquerda. Foram feitas 11 medidas para a direita e 11 medidas para a esquerda, totalizando 22 pontos em cada junta soldada. Na Figura 09 a linha tracejada representa a região onde o ensaio de microdureza foi executado.

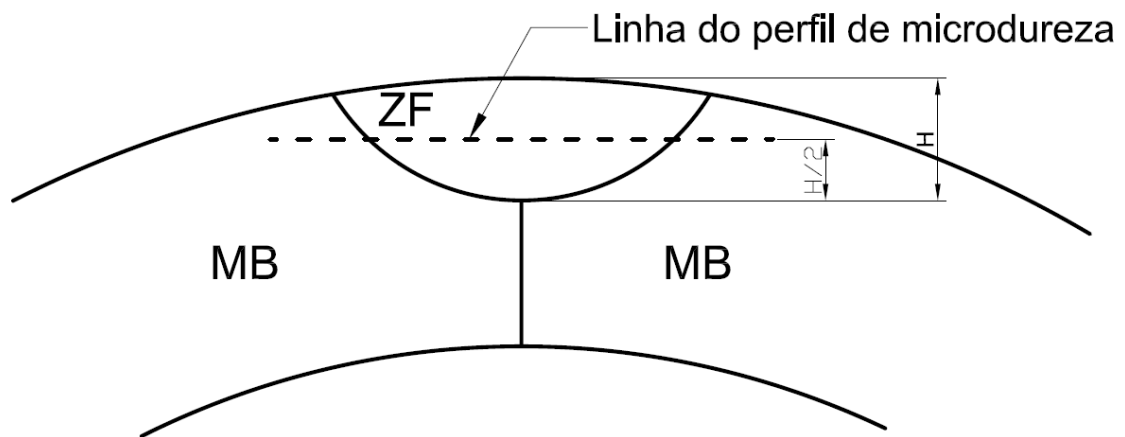


Figura 69 – Esquema utilizado para região de obtenção de perfil de microdureza para as juntas soldadas arco pulsado e arco não pulsado.

2.8 Análise Estatística dos Resultados

Os resultados de fração volumétrica de austenita para ZF dos grupos 1 e 2 (pulsado e não pulsado) foram analisados através da distribuição t de Student [Montgomery, 2001] e para a hipótese nula (H_0) de que não existia variação entre os valores de austenita para estas condições de soldagem ($\mu_{\text{pulsado}} = \mu_{\text{não pulsado}}$). As medidas foram realizadas de modo randômico, independentes, as variâncias consideradas iguais e os cálculos feitos para 95% de confiabilidade ($\alpha=0,05$). O valor tabelado de t de Student para distribuição foi de $t_{\text{crítico}}$ ou t_c de 1,746. O teste com distribuição F de Snedecor foi aplicado para verificação da validade da aplicação do teste t de Student. O valor tabelado f_c ("f" crítico) utilizado foi 1,64.