



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS
CURSO DE ENGENHARIA METALÚRGICA

FERNANDO EMERSON VIANA SOUSA

EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS SOBRE A MICROESTRUTURA DO AÇO
A333 GRAU 8.

FORTALEZA

2014

FERNANDO EMERSON VIANA SOUSA

**EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS SOBRE A MICROESTRUTURA DO AÇO
A333 GRAU 8.**

Monografia apresentada ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará como parte dos requisitos para obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico.

Orientador: Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva

FORTALEZA

2014

FERNANDO EMERSON VIANA SOUSA

**EFEITO DOS TRATAMENTOS TÉRMICOS SOBRE A MICROESTRUTURA DO AÇO
A333 GRAU 8**

Monografia apresentada ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Ceará como parte dos requisitos para obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico.

Aprovada em 06/01/2014

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Cleiton Carvalho Silva (Orientador)
Universidade Federal do Ceará

Prof. Dr. Willys Machado Aguiar
Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará

Prof. Dr. Marcelo Ferreira Motta
Universidade Federal do Ceará

A Deus.

Aos meus pais Manoel, Francy e Raimunda, aos meus irmãos Rodrigo e Livia, a minha esposa Ingryd e a minha filha Nicole.

A Deus pelo dom da vida.

Aos meus pais, Manoel Viana Sousa e Francisca Maria Viana Sousa, por todo amor, dedicação e por me aconselharem e me apoiarem nas minhas decisões.

À minha segunda mãe, Raimunda Mota Rodrigues, por todo amor desde os meus dez dias de nascidos e pelo seu companheirismo até hoje.

À minha esposa Ingryd Viana pela paciência, companheirismo e amor desde os primeiros dias da minha graduação e a minha filha Nicole Viana pelo amor gratuito e pela força que me ajuda a ser melhor a cada dia.

Ao meu irmão Rodrigo e minha irmã Livia Rodrigues que estão sempre presentes em todas as horas e pelo o aprendizado.

Aos meus amigos Aglaê Pio, Christian Philipe, Diogo Victor, Francisco Antônio, Geraldo Sales e Marcelo Lima por todo apoio nas horas e difíceis e pelas alegrias que me proporcionam a cada reencontro.

Aos professores Evaldo Mota, André Luiz, André Pimentel do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Ceará que me ajudarem nas minhas primeiras escolhas profissionais.

Ao meu professor orientador Cleiton Silva pelo apoio no trabalho e concepção da ideia e também pelo direcionamento nesse trabalho.

Aos engenheiros Mateus Segundo, Nely Alves, Rômulo Araújo, Helilton Lima e Thiago Ivo por todas as inspirações, pela lealdade, pela diversão, pelas ideias e pelo o companheirismo que moldaram o engenheiro aqui que vos escreve.

Aos grandes amigos que fiz durante o período de graduação, Abraão Danilo, Alfredo Leão, Cleber Iury, Dyego Irineu, Eduvânio Machado, Émerson Miná, Emanuel Seixas, Gerbson Queiroz, Mozart Queiroz, Rodrigo Ramos, Nathália Cândido e Thiago Pontes.

Aos professores do departamento, Elineudo Moura, Lindberg Gonçalves, Ricardo Emílio, Marcelo Ferreira, Hélio Miranda, Hamilton Ferreira, Jeferson Klug, Igor Frota, Enio Pontes, Carlos Almir, Francisco Marcondes, Raimundo Leite, Walney Silva, Marcelo José, ao ex-professor Walmick Vieira.

Ao ex-professor Alex Maia que foi o mestre que sempre acreditou em minha capacidade, me motivou, serviu e serve como inspiração até o dia atual.

Aos amigos e colaboradores do Grupo Gerdau da Unidade Cearense, Gustavo Canuto, Hamilton Souza, Oséias Silva, Robson Domingos, Laércio Pereira, Edgar Souza, Carlos Rodrigues, Rafael Lima, Zairla Ribeiro, Silene Ventura e da Unidade de Manitoba, Paulo Leal, Rafael Garcia, Don Francy, Diego Paz, Denis Silva Rafael Ramos, Jim Seekings, Derrick St-Jean, pela paciência e ensinamentos adquiridos na indústria.

RESUMO

O presente trabalho teve como objetivo estudar as modificações causadas pelos tratamentos térmicos na microestrutura e propriedades mecânicas do aço ASTM A333, que é utilizado para a armazenagem de oxigênio, nitrogênio e outros gases liquefeitos. Amostras dessa liga foram tratadas termicamente variando os meios em que estas eram resfriadas, variando assim as taxas de resfriamento. Análises foram realizadas na seção transversal das amostras. Foram realizadas análises em microscópio óptico (MO), e ensaio de microdureza ao longo da espessura. Concluiu-se que ao aço ASTM A333 Gr. 8 tem uma alta temperabilidade, sendo temperado mesmo resfriado ao ar. Em taxas de resfriamento mais lentas, como o resfriamento ao ar calmo, começa a existir a formação de frações significativas de bainita no material. O material aquecido à temperatura subcrítica de 560 °C não apresentou variação em sua microestrutura quando observada em microscópio óptico e nem em sua microdureza.

Palavras-chave: Aço 9%Ni, ASTM A333, Tratamento Térmico, Temperatura Subcrítica, Aços Criogênicos.

ABSTRACT

The present work aimed to study the changes caused by heat treatments on microstructure and mechanical properties in ASTM A333 steel that is used for the storage of oxygen, nitrogen and other liquefied gases. This alloy samples were heat-treated by varying the fluid in which they were cooled, thus varying cooling rates. Analyzes were performed on the cross section of the samples using an optical microscope(OM), and micro hardness tests were performed. It is concluded that the ASTM A333 Gr. 8 has a high hardenability, and forms martensite microstructure even quenched in cold air. At slower cooling rates, as the cooling in calm air, the bainite microconstituent shall be formed. The material heated in the critical temperature of 560 °C showed no change in its microstructure when observed by an optical microscope and even in its hardness.

Keywords: 9%Ni Steel, ASTM A333, Heat Treatments, Critical Temperature, Cryogenic Steel.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Efeito do Níquel sobre a tenacidade à fratura de chapas com 1/2" de aço carbono normalizada e revenidas.	16
Figura 2 - Efeito do tratamento térmico na energia de impacto de aço 4340 modificado.	17
Figura 3 - Comparação da temperabilidade do aço 4140 (0 %Ni) e 4340 (1,7% Ni) incluindo as composições H (endurecíveis)	18
Figura 4 - Diagrama de Fases Fe-Ni	19
Figura 5- Vaso feito de aço 9% Ni	20
Figura 6 - Efeito da Temperatura sobre a tenacidade à fratura.....	22
Figura 7 - Variação da energia absorvida com a temperatura para diferentes aços com diferentes teores de carbono.....	23
Figura 8 - Variação da energia absorvida com a temperatura para diferentes aços com diferentes teores de manganês.....	24
Figura 9 - Variação na energia absorvida no ensaio Charpy por aços ARBL com variação no teor de S. Estes aços foram acalmados com alumínio e silício com limite de escoamento mínimo de 450 MPa.....	25
Figura 10 - Variação da energia de impacto no aço 0.70Cr-0.32Mo com diferentes microestruturas e teores de carbono. Teores de C: (a) 0,17% de C, (b) 0,28% de C, (c) 0,40% de C, e (d) 0,54% C.	26
Figura 11 - Diagrama de transformação de resfriamento contínuo de um aço 9% Ni ...	29
Figura 12- Dimensão das amostras tratadas termicamente.....	31
Figura 13 - Forno tipo mufla EDG 7000 - 3P.....	32
Figura 14 - Microdurômetro Shimadzu HVM 2	34
Figura 15 - Esquema dos perfis de dureza.	35
Figura 16 - Microscópio Olympus GX51.....	36

Figura 17 - Microestrutura do aço ASTM A333 9% Ni pré-atacado com picral 4%. Aumento 1000x.	37
Figura 18 - Micrografia da amostra como recebida atacado com picral 4% e solução aquosa de metabissulfeto de sódio. Aumento 500x.	38
Figura 19 - Micrografia da amostra temperada em água atacado com picral 4% e solução aquosa de metabissulfeto de sódio. Aumento 1000x.	39
Figura 20 - Micrografia da amostra temperada em óleo atacado com picral 4% e solução aquosa de metabissulfeto de sódio. Aumento 1000x.	40
Figura 21 - Micrografia da amostra normalizada atacado com picral 4% e solução aquosa de metabissulfeto de sódio. Aumento 1000x.	41
Figura 22 - Micrografia da amostra resfriada ao forno. Aumento 1000x	42
Figura 23 - Curvas de diferentes taxas de resfriamento desenhadas no diagrama de transformação de resfriamento contínuo do aço 9%Ni.	43
Figura 24 - Micrografia da amostra aquecida na temperatura subcrítica (a) amostra como recebida (b). Aumento 1000x	44
Figura 25 - Perfil de Microdureza da amostra como recebida.	45
Figura 26 - Perfil de Microdureza da amostra temperada em água.	45
Figura 27 - Perfil de Microdureza da amostra temperada em óleo.	46
Figura 28 - Perfil de Microdureza da amostra normalizada.	46
Figura 29 - Perfil de Microdureza da amostra resfriada ao forno.	47
Figura 30 - Perfil de Microdureza da amostra na temperatura subcrítica.	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Composição do Aço ASTM A333 segundo a norma.	31
Tabela 2 - Identificação das amostras utilizadas no experimento	32
Tabela 3 - Composição dos Reagentes utilizados.	36
Tabela 4 - Amostras selecionadas para a amostra de variância.....	48
Tabela 5 - ANOVA entre as amostras temperadas em água e em óleo.....	49
Tabela 6 - ANOVA entre as amostras normalizada e resfriada ao forno.....	49
Tabela 7 - ANOVA entre a amostra aquecida na temperatura subcrítica e como recebida.	50

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	14
2. OBJETIVOS.....	15
2.1 OBJETIVOS GERAIS	15
2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS	15
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
3.1 AÇOS AO NÍQUEL	16
3.2 APLICAÇÃO DOS MATERIAIS COM NÍQUEL	19
3.3 TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL	21
3.4 EFEITO DOS FATORES METALÚRGICOS SOBRE A TENACIDADE À FRATURA DOS METAIS 22	
3.5 TRATAMENTOS TÉRMICOS	27
3.5.1 Têmpera e Revenido	27
3.5.2 Dupla Normalização e Revenimento	28
3.5.3 Curva TRC.....	28
3.6 SOLDAGEM DOS AÇOS 9% NI	29
4. MATERIAIS E METODOLOGIA.....	30
4.1 MATERIAIS	30
4.2.1 TRATAMENTO TÉRMICO	32
4.2.1.1 Têmpera em água.....	33
4.2.1.2 Têmpera em óleo.....	33
4.2.1.3 Normalização.....	33
4.2.1.4 Recozimento.....	33
4.2.1.5 Revenimento Sub-Crítico	33

4.2.2	PROPRIEDADES MECÂNICAS – MICRODUREZA VICKERS.....	33
4.2.3	CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....	35
4.2.4	CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA.....	35
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
5.1	ANÁLISE MICROGRÁFICA	37
5.1.1	ANÁLISE DO PRÉ-ATAQUE	37
5.1.2	ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇO COMO RECEBIDO	38
5.1.3	ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇOTEMPERADA EM ÁGUA	38
5.1.4	ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇOTEMPERADA EM ÓLEO	39
5.1.5	ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇO NORMALIZADO	40
5.1.6	ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇO RECOZIDO.....	41
5.1.7	ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇO REVENIDO NA TEMPERATURA SUB CRÍTICA..	43
5.2	PERFIS DE MICRODUREZA.....	44
6.	CONCLUSÃO	51
7.	BIBLIOGRAFIA.....	52

1. INTRODUÇÃO

O gás natural liquefeito (GNL) vem sendo uma importante alternativa de suprimento de gás natural para o Brasil ao tradicional transporte por dutos. Esta alternativa garante o fornecimento continuado desta fonte energética uma vez que a outra fonte de gás natural, que é fornecido pela Bolívia, é uma incerteza devido a fatores políticos.

A demanda por GNL vem crescendo rapidamente por ser uma fonte de energia mais limpa comparada com o petróleo e carvão e por possuir reservas abundantes. Atualmente a companhia Petróleo Brasileiro S/A possui duas unidades regaseificação localizadas no Pecém (CE) e na baía de Guanabara (RJ) e com previsão de construção de mais uma unidade.

A temperatura do GNL para armazenamento e transporte é de -162°C por isso ligas metálicas utilizadas em tubulações e reservatórios de GNL requerem alta resistência, ductilidade, tenacidade à fratura e capacidade para reter trincas a baixas temperaturas.

Atualmente a maioria dos equipamentos utilizados para armazenar e transportar GNL no mundo é fabricado com o aço contendo 9% de Níquel e pesquisas analisando este aço mostraram que o tratamento térmico realizado na sua fabricação tem um importante efeito nas propriedades mecânicas do aço 9%Ni.

Pela mesma razão dos tratamentos térmicos o efeito causado pelo ciclo térmico que os aços são submetidos no processo de soldagem tem efeito em sua microestrutura. Dessa forma o entendimento dos efeitos das taxas de resfriamento é útil para a análise das diferentes regiões formadas durante o processo de soldagem dos aços 9% Ni.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVOS GERAIS

O presente trabalho tem como objetivo geral avaliar as alterações microestruturais e propriedades mecânicas, notadamente dureza, do aço ASTM A333 Grau 8 (9% Ni), quando submetidos a tratamentos térmicos com diferentes taxas de resfriamento e diferentes temperaturas de aquecimento.

2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS

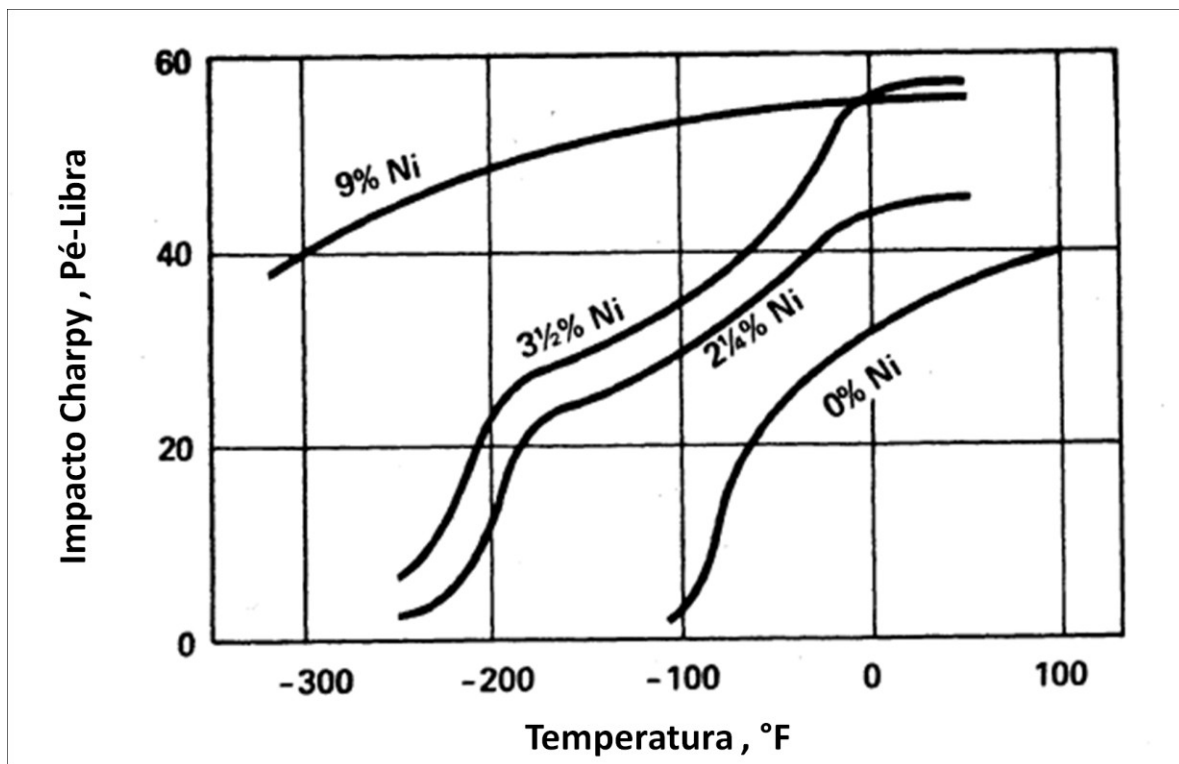
- Caracterizar as alterações microestruturais do aço A333 Gr. 8 tratado termicamente;
- Caracterizar o perfil de dureza do aço A333 Gr. 8 tratado termicamente.
- Avaliar o efeito da temperatura de pico e das velocidades de resfriamento, sobre a microestrutura e microdureza do aço A333 Gr 8.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 AÇOS AO NÍQUEL

A adição de pequenas quantidades de níquel ao aço carbono e aços baixa liga podem aumentar a tenacidade destes materiais especialmente em temperaturas baixas. (Shillmoller, 1987) A tenacidade à fratura de aço ao carbono, medida por ensaios de impacto Charpy, mostra um aumento quando adicionado níquel em sua composição, segundo a Figura 1 (Shillmoller, 1987).

Figura 1 - Efeito do Níquel sobre a tenacidade à fratura de chapas com 1/2" de aço carbono normalizada e revenidas.



Fonte: (Shillmoller, 1987)

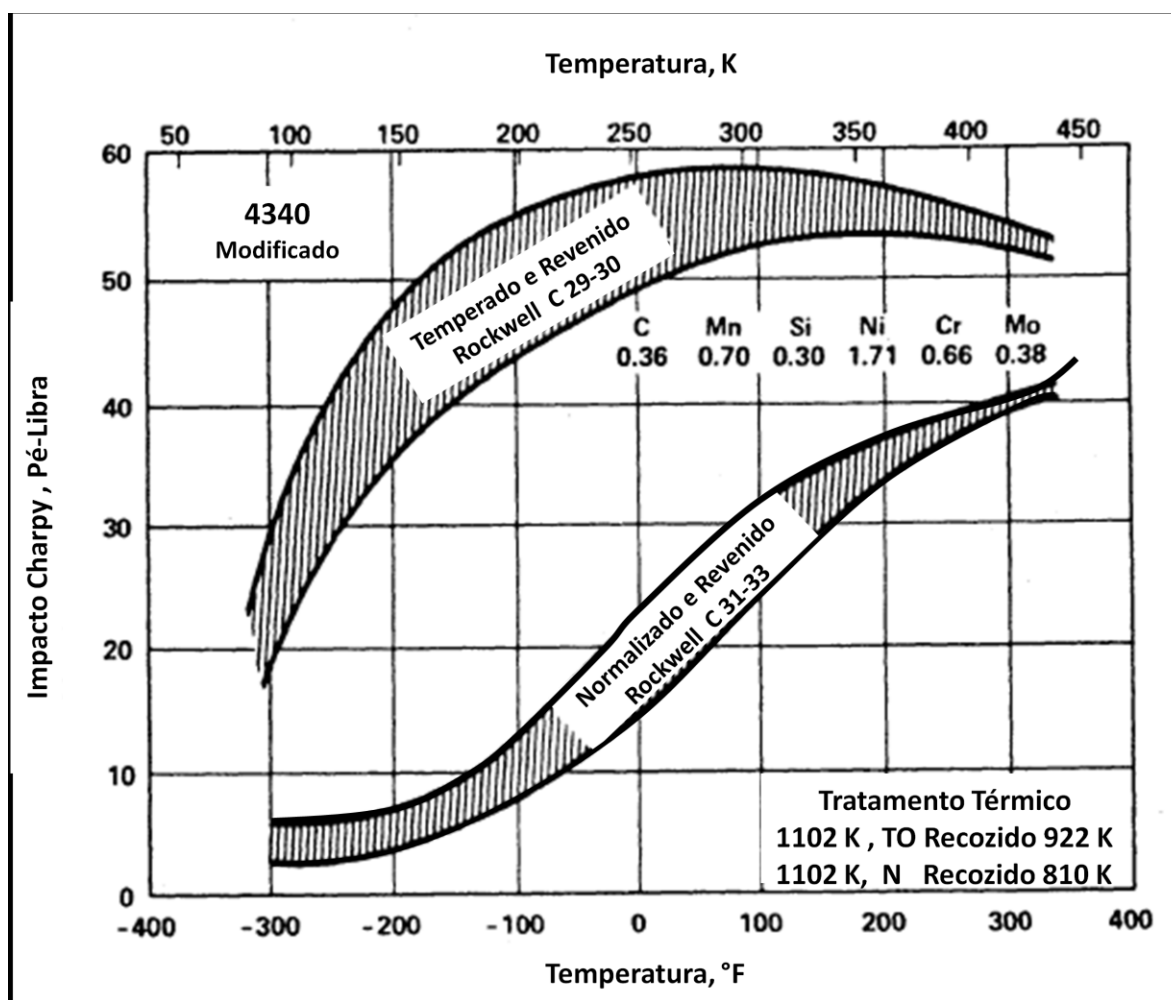
Pelo gráfico da Figura 1 é possível analisar que para os aços que não contém níquel em sua composição a temperatura de transição dúctil frágil (TTDF) é de -80°F (-62°C) e para os aços com 9% Ni essa transição é imperceptível, pois não existe uma

queda brusca em sua tenacidade com a diminuição da temperatura e o material se mantém dúctil em temperaturas tão baixas quanto -300°F (-184°C).

Os dados utilizados na Figura 1 foram retirados de aços contendo diferentes teores de níquel que foram normalizados e revenidos. Contudo muitos outros fatores afetam a tenacidade à fratura do aço, e o tratamento térmico é um dos mais importantes fatores (Shillmoller, 1987).

Figura 2 mostra o aumento da tenacidade à fratura do aço temperado e revenido em relação ao normalizado e revenido. Estes dados são de um aço com 1.7% Ni e se comparado com aços sem níquel o efeito do tratamento térmico sobre a tenacidade à fratura é ainda mais destoante (Shillmoller, 1987).

Figura 2 - Efeito do tratamento térmico na energia de impacto de aço 4340 modificado.



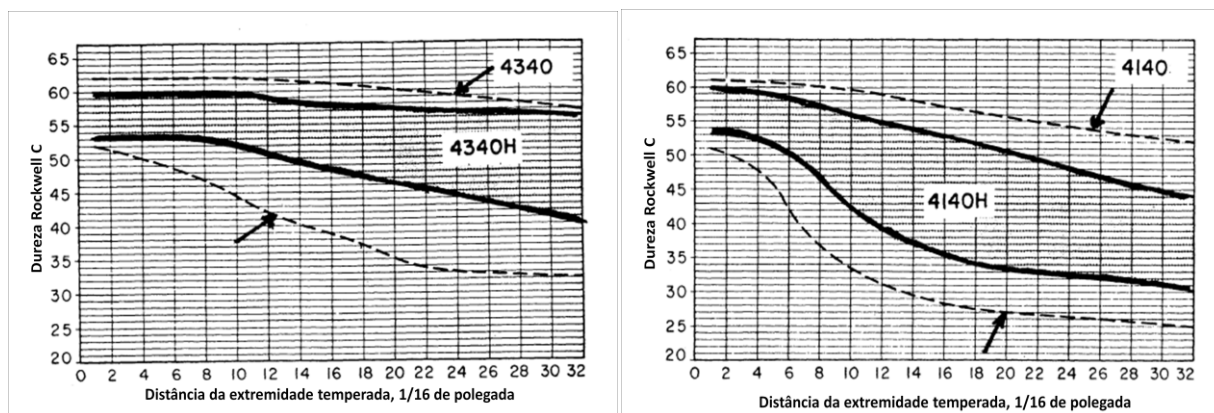
Fonte: (Shillmoller, 1987)

Sabendo que a microestrutura do aço temperado e revenido promove a melhor microestrutura para aços que necessitam de tenacidade à fratura, como observado na Figura 2, é imprescindível que se obtenha uma microestrutura completamente martensítica na têmpera. A capacidade de uma liga alcançar esta microestrutura é chamada de temperabilidade e está relacionada com a velocidade de resfriamento e a composição da liga. Quanto maior é a espessura do aço, menor é a sua capacidade de formar martensita no núcleo (Shillmoller, 1987).

Para reduzir o efeito da espessura do material e utilizar taxas de resfriamento mais lentas, elementos de liga são adicionados ao aço. Um dos mais importantes elementos de liga para aumentar a temperabilidade é o níquel.

Na Figura 3 a temperabilidade do aço AISI 4340 é comparada com o AISI 4140, duas ligas comumente utilizadas na indústria do petróleo.

Figura 3 - Comparação da temperabilidade do aço 4140 (0 %Ni) e 4340 (1,7% Ni) incluindo as composições H (endurecíveis)



Fonte: (Shillmoller, 1987)

A profundidade endurecida do aço AISI 4340 (1,7% Ni) é maior do que a do AISI 4140 (0% Ni). Além disso, para seções mais espessas é mais fácil alcançar a têmpera desejada no AISI 4340 que no aço AISI 4140 com espessura similar.

Temperabilidade e tenacidade à fratura são fatores aliados na criação de um material de desempenho superior para muitas aplicações, especialmente sobre condições criogênicas.

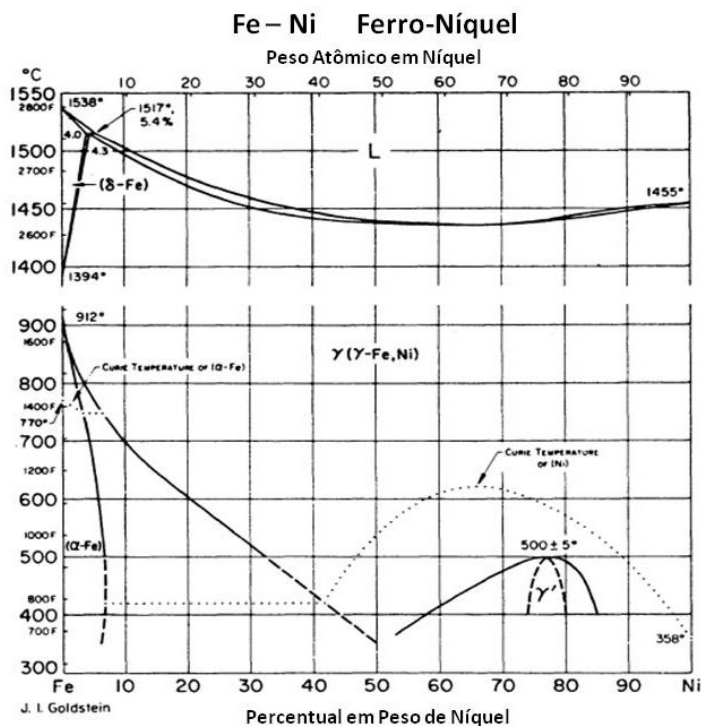
Em relação às melhoras que o níquel oferece a ligas em temperaturas criogênicas, se o material deve ser soldado, alterações metalúrgicas provenientes da soldagem irão ocorrer que poderão afetar as propriedades melhoradas no metal de base (Shillmoller, 1987).

Desta forma, a seleção do eletrodo no procedimento de soldagem é fundamental para garantir que o componente é viável para aplicações criogênicas. Como esperado, níquel aumenta a tenacidade à fratura em soldas a temperaturas criogênicas.

3.2 APLICAÇÃO DOS MATERIAIS COM NÍQUEL

Os efeitos do níquel como elemento de liga em aços baixo carbono podem ser mais bem compreendido com o diagrama binário Fe-Ni. A Figura 4 mostra a porção relevante do diagrama no qual é evidente que a adição de níquel no ferro reduz a temperatura de transformação do ferro γ em ferro α (Pense, 1975).

Figura 4 - Diagrama de Fases Fe-Ni



Fonte: (Pense, 1975)

Materiais contendo níquel são selecionados para muitas das suas aplicações, porque eles fornecem a combinação desejada de propriedades mecânicas, resistência à corrosão, propriedades físicas, durabilidade, aparência, disponibilidade, facilidade de uso e desempenho econômico ao longo do seu ciclo de vida.

Os atributos únicos de materiais que contêm níquel tornaram a sua utilização no setor de petróleo e gás um investimento rentável, mesmo com altos custos iniciais.

Na indústria de transporte, uma vasta gama de materiais contendo níquel é usada. Em motores de aviões, que operam em temperaturas muito altas e tensões, ligas especiais à base de níquel são usadas. No outro extremo, para o transporte de gás natural liquefeito (GNL), que ocorre a temperaturas de cerca de -163°C , os materiais altamente dúcteis, tais como os aços de níquel 9% (A333) são uma opção de baixo custo para recipientes de armazenamento de gás natural liquefeito com um excelente histórico de serviço seguro como mostrado na Figura 5. Pesquisas sugerem para aplicações a baixas temperaturas além de se utilizar ligas de níquel, esta deve sofrer um tratamento de têmpera e revenimento.

Figura 5- Vaso feito de aço 9% Ni.



Fonte: (Pelling, 2007)

Quando os requisitos de engenharia são exigentes, materiais contendo níquel é uma solução comprovada. Eles fornecem integridade ao longo da vida do material, com o potencial para reutilização em outros projetos, e seu alto valor intrínseco é tal que a reciclagem é bem estabelecida e rentável.

3.3 TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL

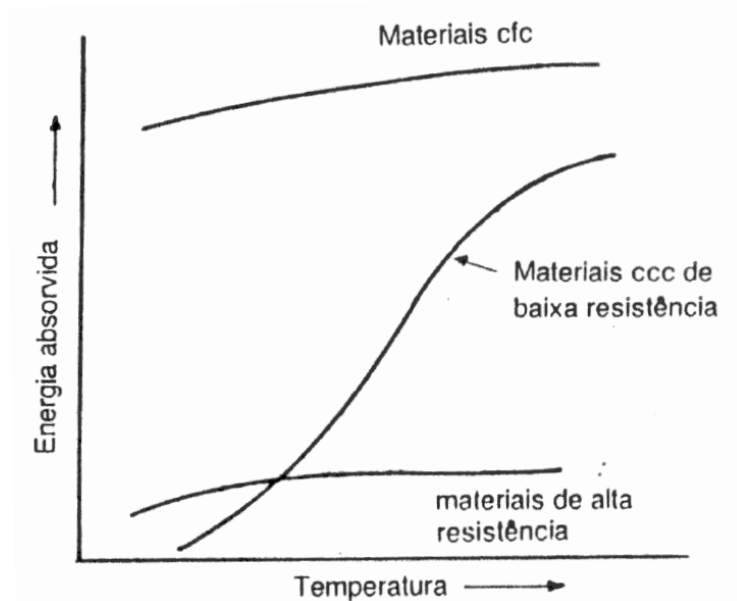
A transição dúctil-frágil está relacionada com a variação da energia absorvida por impacto com a temperatura em que o material está submetido. Em temperaturas mais elevadas a energia absorvida é relativamente grande, e está correlacionada com uma fratura de modo dúctil. À medida que a temperatura é reduzida, a energia absorvida pelo o impacto cai subitamente ao longo de um intervalo de temperatura relativamente estreito e logo abaixo deste faixa de temperatura o material absorve energia de valor constante e baixo, caracterizando uma fratura de modo frágil (Callister, 2002).

Estruturas construídas a partir de ligas que apresentam esse comportamento dúctil-frágil devem ser utilizadas apenas a temperaturas superiores à temperatura de transição, para evitar fraturas frágeis e catastróficas (Callister, 2002). Alguns exemplos clássicos deste tipo de falha ocorreram durante a Segunda Guerra Mundial. As embarcações da época foram construídas de uma liga de aço que possuía ductilidade adequada de acordo para ensaios de tração em temperatura ambiente. As fraturas frágeis ocorreram a cerca de 4 ° C, na vizinhança da temperatura de transição dúctil-frágil da liga.

O comportamento das curvas de transição dúctil-frágil de vários materiais se assemelham as três curvas mostradas na Figura 6. A temperatura de transição de metais CFC de média e baixa resistência tem tão alta ductilidade que fratura frágil não é um problema, a menos que haja algum ambiente especial reativo quimicamente. Já aços de alta resistência ($\sigma > E/150$) geralmente possuem uma ductilidade tão baixa que uma fratura frágil pode ocorrer até quando forem aplicadas tensões nominais na região elástica em qualquer temperatura e taxas de deformação, se já existirem falhas superficiais pré-existentes. Aços de alta resistência, alumínio e titânio estão nesta categoria. Em baixas temperaturas as fraturas ocorrem por clivagem, enquanto que em

temperaturas mais elevadas a fratura ocorre por ruptura de baixa energia. É sob estas condições que a análise mecânica da fratura é útil e apropriada. A tenacidade à fratura de metais de baixa a média resistência com estrutura CCC, bem como Be, Zn é fortemente dependente da temperatura (Dieter, 1988).

Figura 6 - Efeito da Temperatura sobre a tenacidade à fratura.



Fonte: (Dieter, 1988)

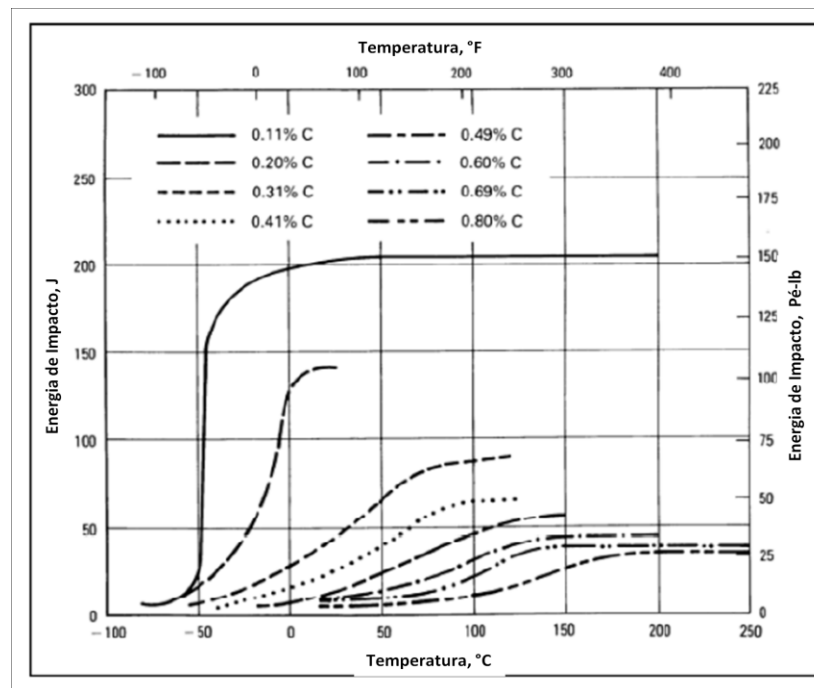
Assim é possível concluir que existe uma variação de comportamento da fratura com o aumento da temperatura. Nos metais essa transição ocorre entre 10% e 20% da temperatura absoluta de fusão do material (Dieter, 1988).

3.4 EFEITO DOS FATORES METALÚRGICOS SOBRE A TENACIDADE À FRATURA DOS METAIS

Alterações na microestrutura e na composição do aço podem alterar a temperatura de transição dúctil-frágil a valores superiores a 50 °C. As maiores mudanças nesta faixa de temperatura de transição acontecem com as mudanças realizadas na quantidade de carbono e manganês (Rinebol, 1967). A temperatura de transição é aumentada em

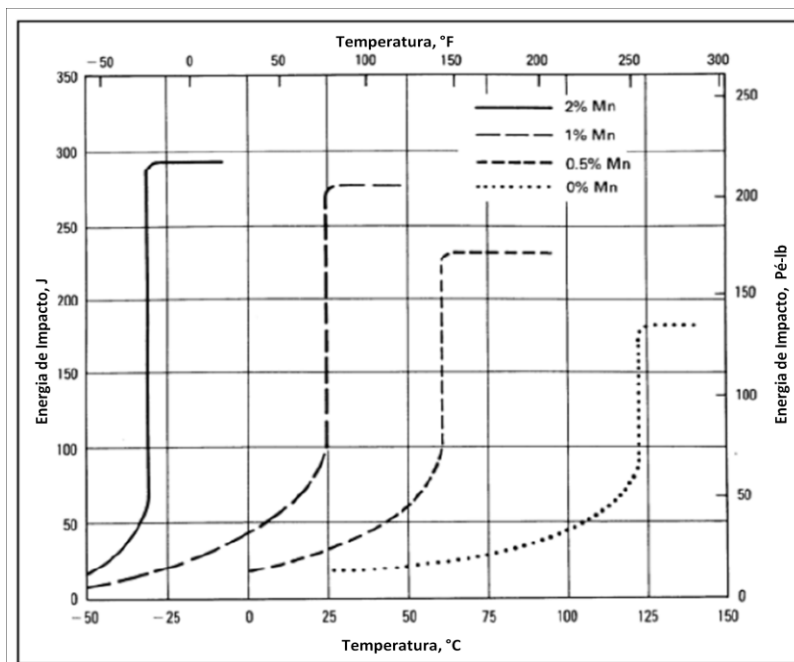
aproximadamente 14 °C para cada aumento de 0,1 por cento de carbono. Esta temperatura de transição também é reduzido a cerca de 5 ° C por cada aumento de 0,1 por cento de manganês como mostrado na Figura 7 e na Figura 8. O aumento do teor de carbono, também tem um efeito acentuado sobre a energia máxima e a forma das curvas de transição de temperatura de energia como mostrado na Figura 7 e Figura 8. A razão Mn:C deverá ser de pelo menos 3: 1 para que se obtenha uma ductilidade satisfatória. A redução máxima de cerca de 50 ° C na temperatura de transição parece possível com o aumento da razão Mn:C.

Figura 7 - Variação da energia absorvida com a temperatura para diferentes aços com diferentes teores de carbono.



Fonte: (ASM, 1990)

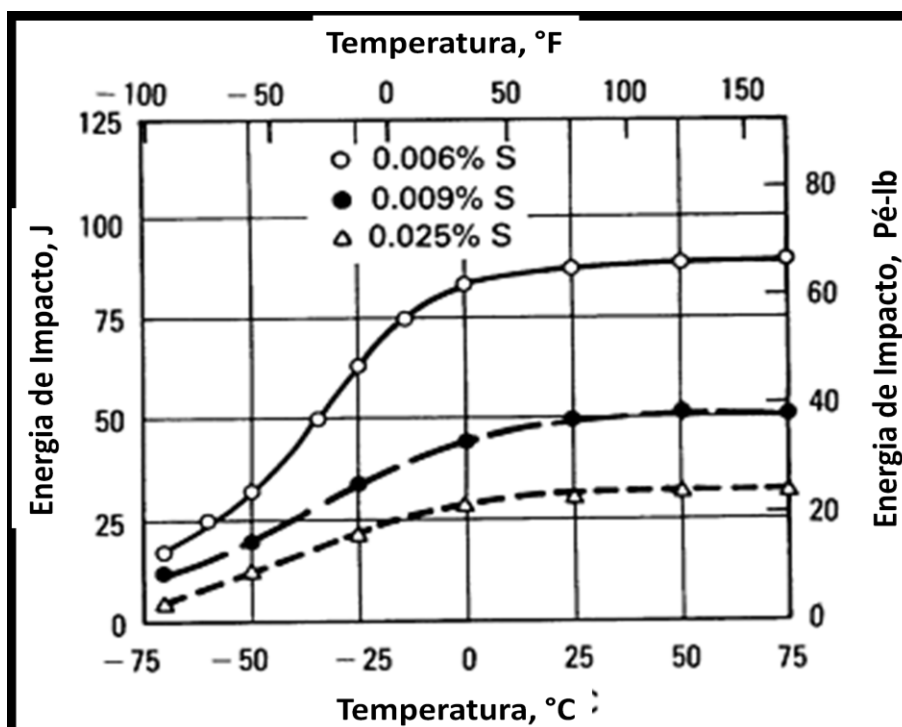
Figura 8 - Variação da energia absorvida com a temperatura para diferentes aços com diferentes teores de manganês.



Fonte: (ASM, 1990)

Outros elementos possuem efeito deletério sobre a tenacidade à fratura, como por exemplo, o enxofre e o fósforo. O efeito do enxofre na ductilidade de aços está diretamente relacionado à prática de desoxidação. Para aços alcaçados com Si, o enxofre em quantidades até cerca de 0,04% tem um efeito desprezível na ductilidade. Para aços acalmados com alumínio e silício, uma redução no teor de enxofre pode aumentar substancialmente a energia máxima absorvido no ensaio Charpy, como se mostra na Figura 9 (ASM, 1990).

Figura 9 - Variação na energia absorvida no ensaio Charpy por aços ARBL com variação no teor de S. Estes aços foram acalmados com alumínio e silício com limite de escoamento mínimo de 450 MPa.



Fonte: (ASM, 1990)

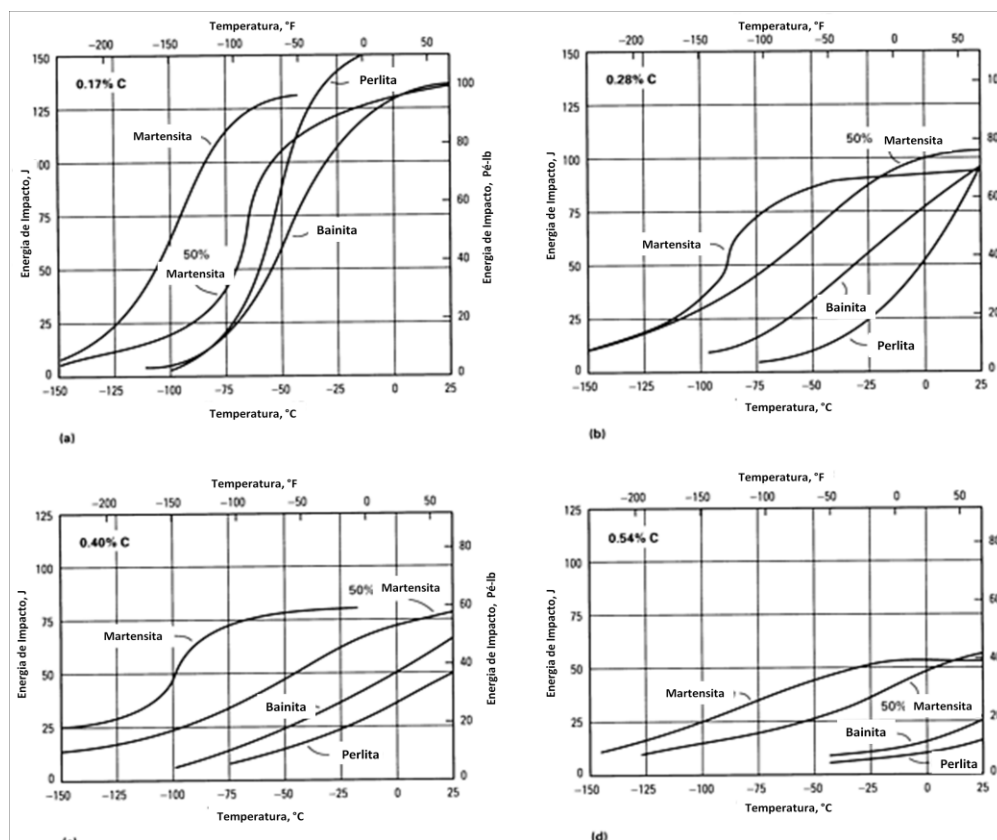
Já o fósforo que aumenta a temperatura de transição dútil frágil em cerca de 7 ° C para cada um 0,01% de P, além de reduzir a energia máxima absorvida no ensaio Charpy. Outro efeito deletério do fósforo é o aumento da susceptibilidade de alguns aços ligados para fragilização na temperatura de 475 °C (ASM, 1990).

Um elemento que é útil para melhorar a ductilidade do aço a baixas temperaturas é o Níquel. Este elemento é mais eficaz na melhoria da resistência dos aços de baixo carbono. Algumas ligas de aço com alto teor de níquel, tais como Aços maraging e aços, não apresentam a transição dútil-frágil (ASM, 1990).

Como a maioria das propriedades mecânicas, a tenacidade à fratura do aço geralmente pode ser atribuída diretamente à microestrutura. Como as microestruturas de aço são facilmente observadas e identificadas, é conveniente para relacionar as várias propriedades mecânicas com a microestrutura, embora as propriedades também possam ser atribuídas à composição e modo de fabricação do aço (ASM, 1990).

Em geral, os componentes principais da microestrutura encontrada em aços: a perlita e a ferrita têm a mais alta temperatura de transição, seguido por bainita superior e por último a martensita revenida ou bainita inferior. Os valores de tenacidade à fratura para aços semelhantes com diferentes teores de carbono e constituintes microestruturais são mostrados na Figura 10.

Figura 10 - Variação da energia de impacto no aço 0.70Cr-0.32Mo com diferentes microestruturas e teores de carbono. Teores de C: (a) 0,17% de C, (b) 0,28% de C, (c) 0,40% de C, e (d) 0,54% C.



Fonte: (ASM, 1990)

Na prática, a taxa de arrefecimento ou de têmpera determina a microestrutura resultante ou mistura de microestruturas num aço especial. As características de transformação são controladas pela velocidade de resfriamento, a composição da liga, da temperatura de austenitização e do tamanho dos grãos de austenita. (ASM, 1990)

Precipitados e partículas de segunda fase são prejudiciais para a tenacidade, especialmente se localizada nos contornos de grão. Um tratamento de esferoidização

de aços perlíticos pode melhorar a tenacidade pela a redução da resistência e eliminação das lamelas de ferrita (que têm forma de placas e, portanto, são caminhos fáceis para fratura por clivagem). Esferoidização também melhora a tenacidade, alterando a forma da lamela de cementita da perlita para partículas esféricas inócuas. (ASM, 1990)

Aços com uma microestrutura formada por martensita revenida ou bainita inferior oferece o equilíbrio ideal de força e tenacidade. Quando observadas no microscópio óptico, estes dois microcomponentes são indistinguíveis. Somente com microscopia eletrônica de transmissão (MET) se pode distinguir martensita revenida de bainita inferior. Qual destes dois microconstituintes proporciona uma melhor ductilidade tem sido um assunto de controvérsia. (ASM, 1990)

3.5 TRATAMENTOS TÉRMICOS

Os tratamentos térmicos empregados nos aços ASTM A333 são essenciais na obtenção das microestruturas desejadas e conseqüentemente de suas propriedades mecânicas. Desta forma, um melhor desempenho das propriedades mecânicas, para uma mesma composição química e processo de fabricação, ocorrerá, basicamente, através da otimização dos tratamentos térmicos, sendo que os seus principais parâmetros são: velocidade de aquecimento e resfriamento, temperatura de tratamento e tempo de encharque.

Sabendo que os aços ASTM A333 são utilizados no estado temperado e após revenido ou duplo normalizado e revenido (ASTM, 2011), a seguir serão comentados estes tratamentos térmicos, dando enfoque, também, às microestruturas obtidas para cada tratamento.

3.5.1 Têmpera e Revenido

Neste tratamento térmico o aço é aquecido até a temperatura de $800 \pm 15^{\circ}\text{C}$; o tempo de permanência nesta temperatura deve ser de 2 minutos para cada milímetro de espessura, mas não menos que 15 minutos. Então a amostra é temperada em água. Após a têmpera a amostra é novamente reaquecida a uma temperatura entre

565 e 605 °C permanece o mesmo tempo que o primeiro procedimento e então é resfriado em água ou ao ar (ASTM 2011).

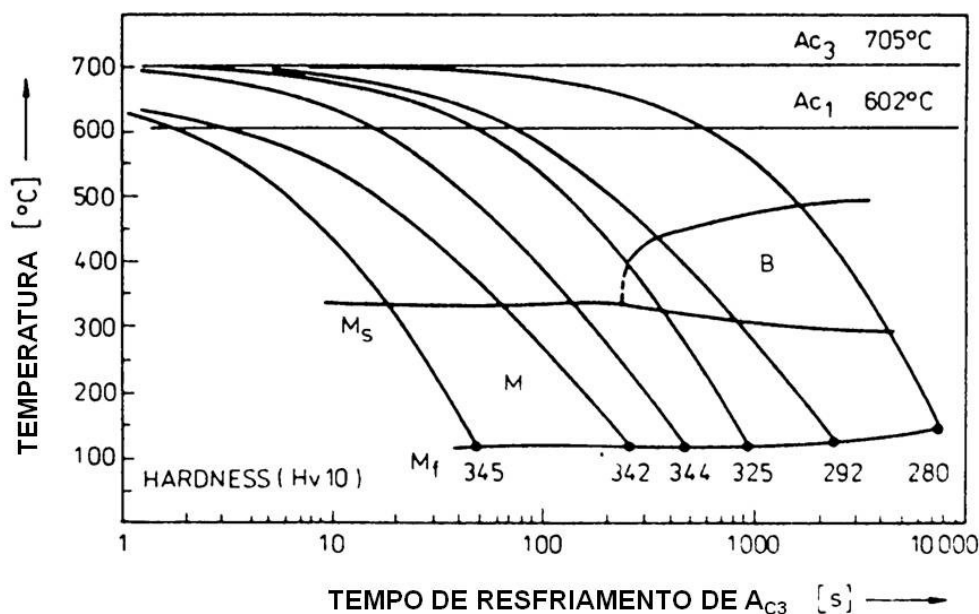
3.5.2 Dupla Normalização e Revenimento

Neste outro tratamento térmico o aço é aquecido até a temperatura de $900 \pm 15^\circ\text{C}$; o tempo de permanência nesta temperatura também deve ser de 2 minutos para cada milímetro de espessura, mas não menos que 15 minutos. Então a amostra é resfriado ao ar. O aço é novamente aquecido, só que agora em $800 \pm 15^\circ\text{C}$ e permanece nesta temperatura durante o mesmo tempo que na primeira normalização e então é resfriado ao ar. Após a dupla normalização a amostra é reaquecida a uma temperatura entre 565 e 605 °C permanece o mesmo tempo que os primeiros procedimentos e então é resfriado em água ou ao ar (ASTM, 2011).

3.5.3 Curva TRC

As transformações de fases que ocorrem no ASTM A333 quando este é resfriado em diferentes condições de resfriamento são mais fáceis de entender quando se analisa o diagrama de transformação de resfriamento contínuo de um aço com teor de 9% Ni mostrado na Figura 11. Os aços com teores com 9% Ni possuem uma característica diferentes dos demais aços ao níquel, pois este tem a tendência de reter austenita em sua microestrutura em temperatura ambiente após sofrer tratamento térmico de normalização, mesmo em placas espessas (Pense, 1975).

Figura 11 - Diagrama de transformação resfriamento contínuo de um aço 9% Ni



Fonte: (INCO)

Os diagramas isotérmicos podem ser usados para obter uma visão panorâmica das estruturas produzidas por normalização ou têmpera de placas de várias espessuras.

3.6 SOLDAGEM DOS AÇOS 9% NI

Na fabricação de estruturas para aplicações criogênicas por soldagem, algumas certas dificuldades podem ser encontradas. Concentradores de tensão podem ser introduzidos no material devido ao impróprio projeto ou pela baixa qualidade da execução da solda. As propriedades mecânicas da junta de solda ou da zona afetada pelo calor (ZAC) podem ser diferentes das do metal de solda, o que pode não atender os requisitos de projeto (Pense, 1975).

O ciclo térmico imposto à peça devido ao processo de soldagem afeta a microestrutura tratada termicamente, o que pode comprometer localmente as propriedades mecânicas. Próximo à linha de fusão, o metal é aquecido a temperaturas

de pico que causam crescimento demasiado dos grãos e um resfriamento que pode ser lento ou rápido dependendo do calor imposto e espessura da seção, gerando microestruturas que podem diferir da condição inicial (Pense, 1975).

Em aços com 9%Ni, na ZAC a microestrutura será essencialmente martensítica e em algumas regiões de múltiplos passes a microestrutura é basicamente martensita revenida (Pense, 1975).

4. MATERIAIS E METODOLOGIA

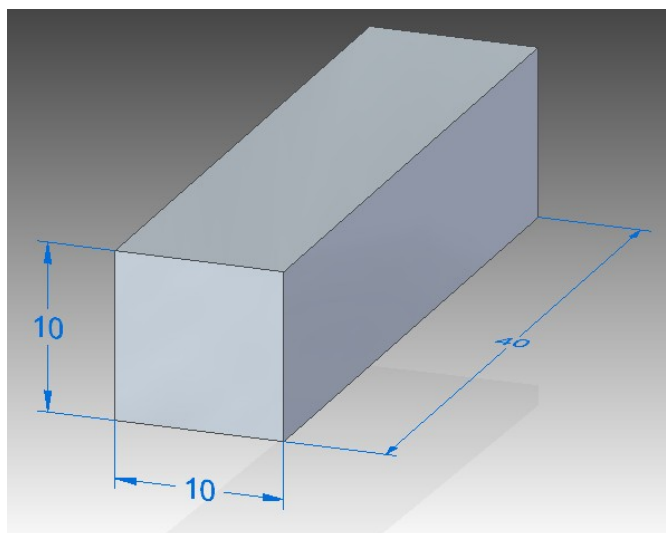
A microestrutura dos aços ao níquel é determinada não somente pela composição química, mas também pelo tratamento térmico aplicado, mostrando-se decisivo nas propriedades finais do material. Por esta razão, neste trabalho, a estratégia experimental adotada objetivou simular em escala laboratorial diferentes taxas de resfriamento que o material possa sofrer em tratamentos térmicos e no ciclo térmico de soldagem e o seu efeito na microestrutura que pudessem alterar as propriedades mecânicas.

As propriedades mecânicas foram avaliadas através de microdureza e a microestrutura através de caracterização metalográfica por meio de microscopia ótica.

4.1 MATERIAIS

Para a realização dos tratamentos térmicos foram utilizadas amostras do aço ASTM A333 com seção transversal quadrada 10x10 mm e comprimento de 40 mm, como mostra a Figura 12.

Figura 12- Dimensão das amostras tratadas termicamente.



Fonte: Próprio Autor

Segundo a norma, a composição química do aço ASTM A333 utilizado é apresentado na Tabela 1.

Tabela 1- Composição do Aço ASTM A333 segundo a norma.

Elemento (% em peso)	Norma ASTM A333
Carbono (C)	Máx. 0,13
Manganês (Mn)	Máx. 0,90
Fósforo (P)	Máx. 0,025
Enxofre (S)	Máx. 0,025
Silício (Si)	0,13 – 0,32
Níquel	8,40 - 9,60

Fonte: (ASTM, 2011)

A identificação das amostras tratadas termicamente foi realizada através de um código de letra, conforme mostra a Tabela 2 a seguir.

Tabela 2 - Identificação das amostras utilizadas no experimento

Identificação	Tratamento Térmico
W	Aquecido a 800 °C durante 20 min. → Resfriado em água
O	Aquecido a 800 °C durante 20 min. → Resfriado em óleo
N	Aquecido a 800 °C durante 20 min. → Resfriado ao ar
F	Aquecido a 800 °C durante 20 min. → Resfriado ao forno
I	Aquecido a 560 °C durante 40 min. → Resfriado ao ar

Fonte: Próprio Autor

4.2 METODOLOGIA

4.2.1 TRATAMENTO TÉRMICO

Os tratamentos térmicos aplicados nas amostras foram realizados em um forno tipo mufla da marca EDG e modelo 7000-3P (Figura 13) sem proteção de atmosfera e com as temperaturas monitoradas pela utilização de termopares. A seguir serão detalhados os tratamentos térmicos desenvolvidos neste trabalho.

Figura 13 - Forno tipo mufla EDG 7000 - 3P.



Fonte: http://www.tecnallab.com.br/padrao.aspx?fornos_mufla_content_lst_2137__.aspx

4.2.1.1 Têmpera em água

Na amostra temperada em água, esta foi levada ao forno frio para ser aquecida até temperatura de austenitização de 800 °C com tempo de encharque de 20 minutos, sendo em seguida a amostra resfriada em água com agitação.

4.2.1.2 Têmpera em óleo

Na amostra temperada em óleo, esta foi levada ao forno frio para ser aquecido até temperatura de austenitização de 800 °C com tempo de encharque de 20 minutos, sendo em seguida a amostra resfriada em óleo com agitação.

4.2.1.3 Normalização

Na amostra normalizada ao ar, esta foi levada ao forno frio para ser aquecido até temperatura de austenitização de 800 °C com tempo de encharque de 20 minutos, sendo em seguida a amostra resfriada ao ar calmo.

4.2.1.4 Recozimento

Na amostra recozida, esta foi levada ao forno frio para ser aquecido até temperatura de austenitização de 800 °C com tempo de encharque de 20 minutos, sendo em seguida a amostra deixada no forno desligado.

4.2.1.5 Revenimento Sub-Crítico

Na amostra revenida esta foi levada ao forno frio para ser aquecido até temperatura de 560 °C com tempo de encharque de 40 minutos, sendo em seguida a amostra resfriada ao ar calmo.

4.2.2 PROPRIEDADES MECÂNICAS – MICRODUREZA VICKERS

A caracterização mecânica das amostras foi realizada através do ensaio de microdureza, em todos os tratamentos térmicos.

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados num microdurômetro SHIMADZU, Modelo HMV-2 (Figura 14), sendo o ensaio realizado segundo a norma ASTM E384 – 72 (ASTM, 1985). O objetivo do ensaio de microdureza foi o de determinar uma média da dureza da amostra, e para isto foi utilizada uma carga de 0,2 Kgf com tempo de impressão de 15 segundos.

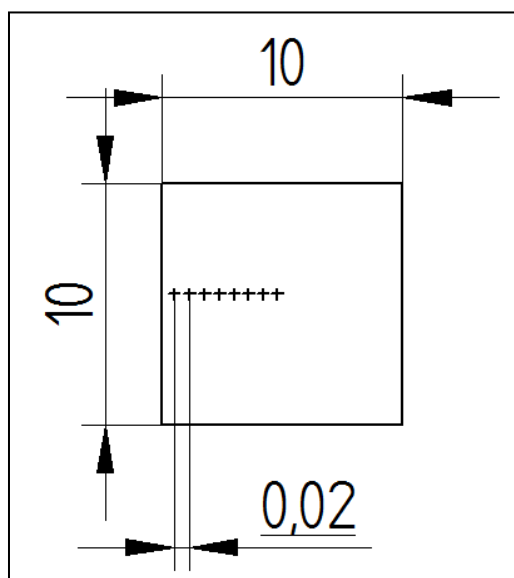
Figura 14 - Microdurômetro Shimadzu HMV 2



Fonte: <http://www.ssi.shimdu.com>

Para cada amostra foram analisados 25 pontos, com espaçamento de 0,2 mm partindo da superfície até o centro da amostra como ilustrado na Figura 15.

Figura 15 - Esquema dos perfis de dureza.



Fonte: Próprio Autor

4.2.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

Para cada tratamento térmico realizado, um corpo de prova foi selecionado para análise microestrutural (tamanho de grão e microestrutura) através de microscópio ótico. A seguir é detalhada a caracterização metalográfica.

4.2.4 CARACTERIZAÇÃO METALOGRÁFICA

Para a análise metalográfica, as amostras foram lixadas com granulometria variando de 220 a 1200 mesh e polidas com alumina com granulometria de 3 μm e de 1 μm . Para revelar a microestrutura foram empregados os reagentes e tempos de ataque indicados na Tabela 3. Estas microestruturas foram analisadas em microscópio ótico Olympus – Modelo GX51 (Figura 16) em diversas ampliações.

Tabela 3 - Composição dos Reagentes utilizados.

Reagente	Aplicação	Tempo de Ataque
Picral 4% - 50 ml de álcool etílico + 2 g de ácido pícrico	Revelar carbonetos e bainita	180 s
Solução aquosa de metabissulfeto de sódio - (2 g de metabissulfeto de sódio + 20 ml de água destilada)	Diferenciar bainita da martensita	8 s

Fonte: Próprio Autor

Figura 16 - Microscópio Olympus GX51.



Fonte:

https://engineering.purdue.edu/MSE/Research/Facilities/Microstructural/Optical_Microscopy.htm

|

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

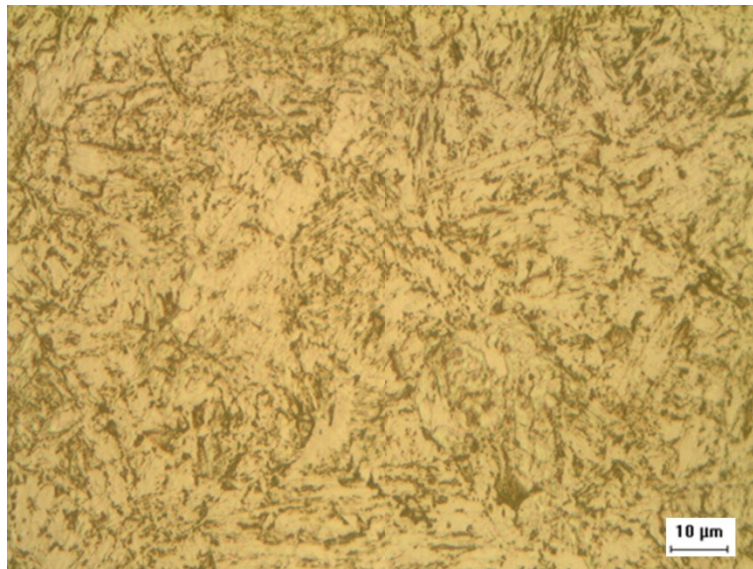
5.1 ANÁLISE MICROGRÁFICA

5.1.1 ANÁLISE DO PRÉ-ATAQUE

As microestruturas das amostras foram analisadas após um pré ataque com Picral 4% durante 3 minutos, como mostrado na Figura 17 com o aumento de 1000x. E então, estas foram novamente atacadas com a solução aquosa de metabissulfeto de sódio durante 8 s.

O pré-ataque com o picral revelou uma microestrutura com aparência de ferrita (branco). Na verdade a microestrutura branca não é ferrita e sim bainita granular, que é característica deste tipo de aço devido às baixas concentrações de carbono neste aço (Bhadeshia, 2001). Com apenas o ataque do picral é difícil de identificar com precisão essas fases. Por esse motivo outro ataque foi realizado para que a microestruturas ficassem mais claras.

Figura 17 - Microestrutura do aço ASTM A333 9% NI pré-atacado com picral 4%. Aumento 1000x.

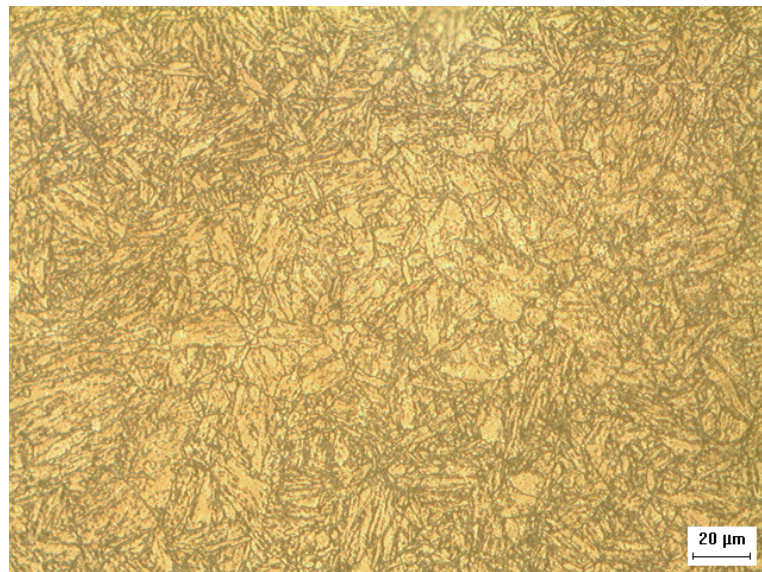


Fonte: Próprio Autor

5.1.2 ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇO COMO RECEBIDO

A microestrutura do aço ASTM A333 9% Ni como recebido é constituída por uma matriz bainítica granular e provável martensita revenida distribuída na sua matriz, como mostrado na Figura 18. Durante o seu processamento esse material é tratado termicamente com têmpera e revenimento ou dupla normalização e revenimento (ASTM, 2011).

Figura 18 - Micrografia da amostra como recebida atacado com picral 4% e solução aquosa de metabissulfeto de sódio. Aumento 500x.

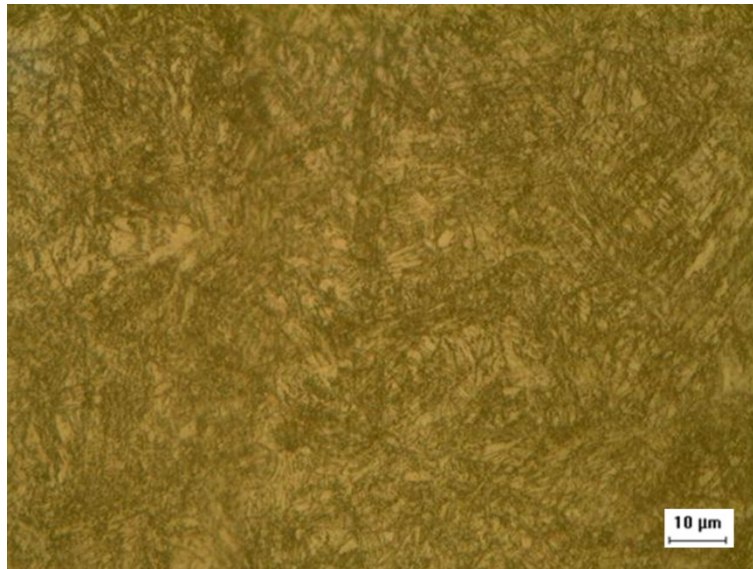


Fonte: Próprio Autor

5.1.3 ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇO TEMPERADA EM ÁGUA

Após a amostra ser aquecida a 800° C a microestrutura do aço 9% Ni torna-se toda austenítica de acordo com o diagrama de fases Fe-Ni na Figura 19. Após ser resfriado em água a microestrutura do aço ASTM A333 9% Ni é constituída por uma matriz martensítica em lâminas com formato de agulhas, como mostrado na Figura 19. Essa microestrutura formada é devida a alta temperabilidade do aço 9% Ni.

Figura 19 - Micrografia da amostra temperada em água atacado com picral 4% e solução aquosa de metabissulfeto de sódio. Aumento 1000x.

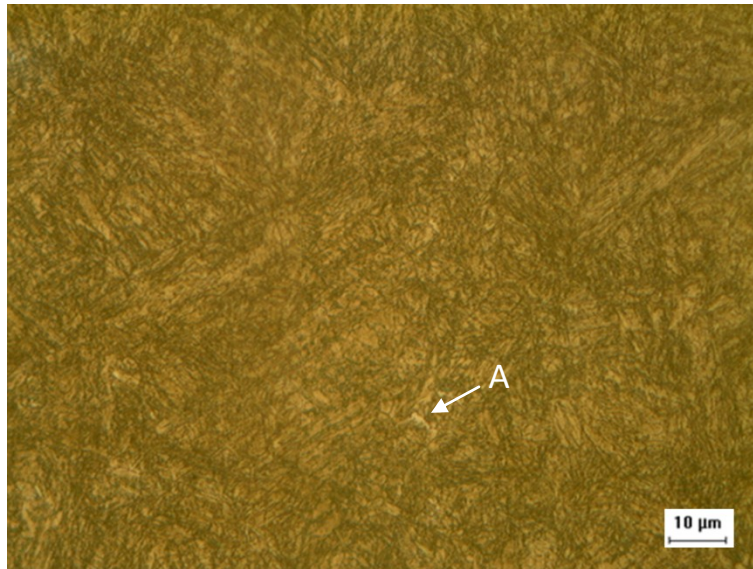


Fonte: Próprio Autor

5.1.4 ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇOTEMPERADA EM ÓLEO

Assim como a amostra resfriada em água, a amostra resfriada em óleo também foi aquecida a 800° C para que a microestrutura do aço 9% Ni tornar-se austenítica. Após ser resfriado no óleo a microestrutura do aço ASTM A333 9% Ni apresentou microestrutura semelhante à amostra resfriada em água, sendo também constituída por uma matriz martensítica com formato de agulhas, mas com alguns pontos brancos que pelo ataque realizado podem ser caracterizados como austenita retida (branco), como mostrado na Figura 19.

Figura 20 - Micrografia da amostra temperada em óleo atacado com picral 4% e solução aquosa de metabissulfeto de sódio. Aumento 1000x.

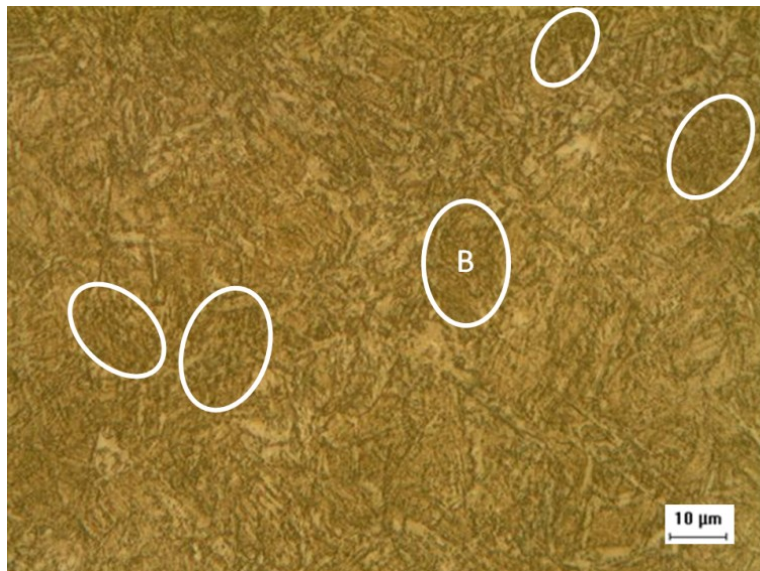


Fonte: Próprio Autor

5.1.5 ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇO NORMALIZADO

A amostra que foi resfriada ao ar, após ser aquecida a 800° C para que a microestrutura do aço 9% Ni se tornasse austenítica, apresentou uma microestrutura um pouco diferente das amostras resfriadas em água e óleo. Além de martensita (marrom) é possível observar na figura uma microestrutura mais atacada que foi circulado em branco, que provavelmente seja bainita formada devido à redução na taxa de resfriamento.

Figura 21 - Micrografia da amostra normalizada atacado com picral 4% e solução aquosa de metabissulfeto de sódio. Aumento 1000x.

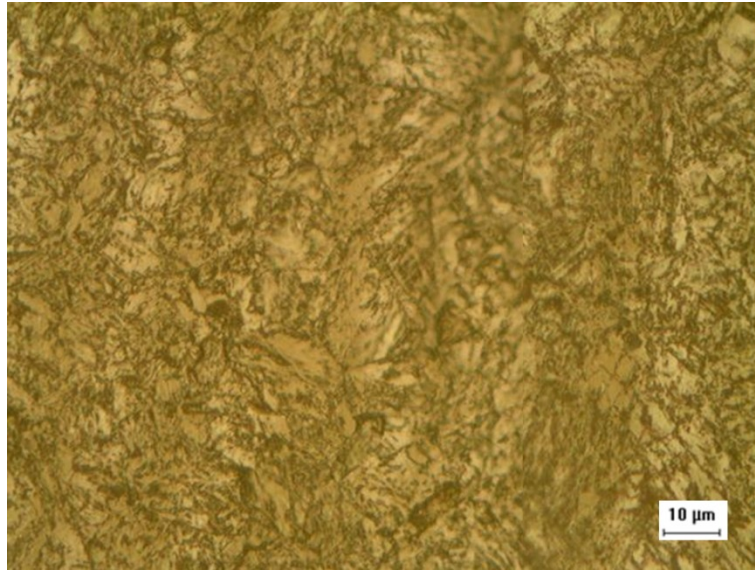


Fonte: Próprio Autor

5.1.6 ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇO RECOZIDO

A amostra recozida, após ser aquecida a 800° C para que a microestrutura do aço 9% Ni tornasse austenítica, apresentou uma microestrutura semelhante com a amostra normalizada, com martensita (marrom) e austenita retida em frações menores e com maiores quantidade de bainita (preto).

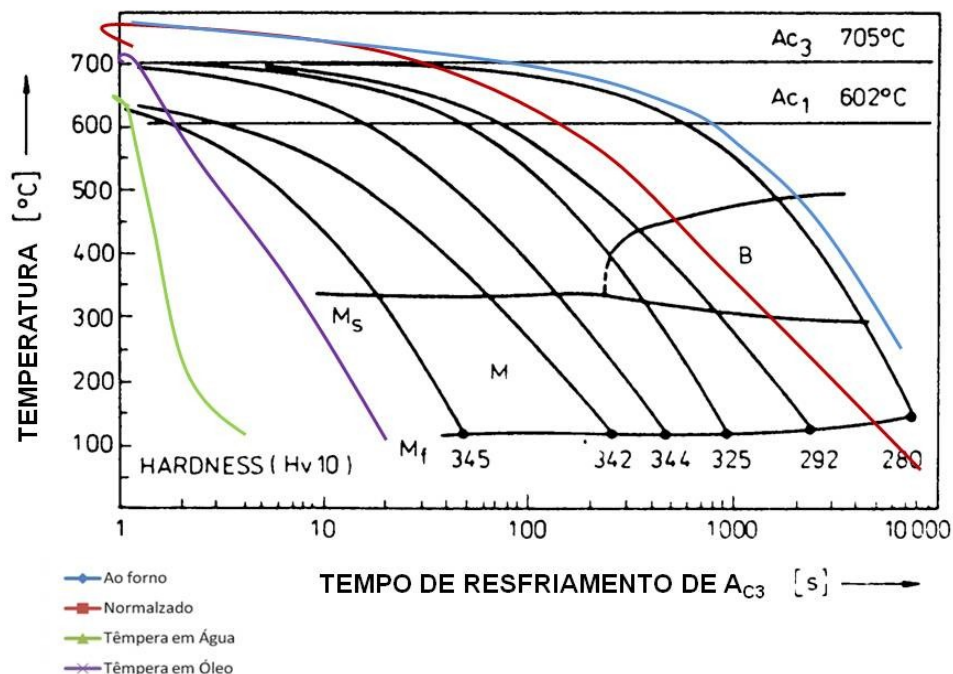
Figura 22 - Micrografia da amostra resfriada ao forno. Aumento 1000x



Fonte: Próprio Autor

Na Figura 23 foram desenhadas as curvas de taxas de resfriamento do aço sob as condições analisadas neste trabalho (água, óleo, ar e forno) no diagrama de transformação com resfriamento contínuo para um aço com 9% Ni. A curva de resfriamento do forno foi determinada pela a medição da temperatura do forno utilizando termopares, as demais curvas foram desenhadas de acordo com curvas encontradas na literatura. Pela a imagem é possível verificar que as microestruturas reveladas pelo ataque químico, mostraram-se coerentes com o que se esperava para um aço com a dada composição.

Figura 23 - Curvas de diferentes taxas de resfriamento desenhadas no diagrama de transformação resfriamento contínuos do aço 9%Ni.

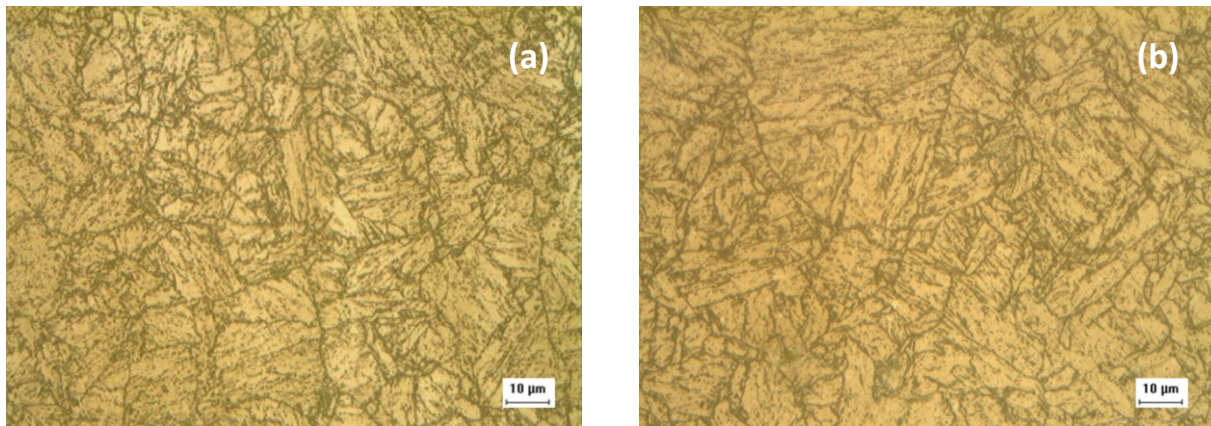


Fonte: Adaptado de(INCO)

5.1.7 ANÁLISE MICROGRÁFICA DO AÇO REVENIDO NA TEMPERATURA SUB CRÍTICA

Nessa amostra, que foi aquecida até 560° C e mantida durante 40 minutos e então resfriado ao ar, a proposta dessa análise era avaliar o efeito na microestrutura do aço quando deixada em uma temperatura em que a fração de austenita na matriz aumenta. A microestrutura mostrada na Figura 24 pareceu bem semelhante a da amostra como recebida. Apresentou uma matriz bainítica e martensita revenida.

Figura 24 - Micrografia da amostra aquecida na temperatura subcrítica (a) amostra como recebida (b). Aumento 1000x

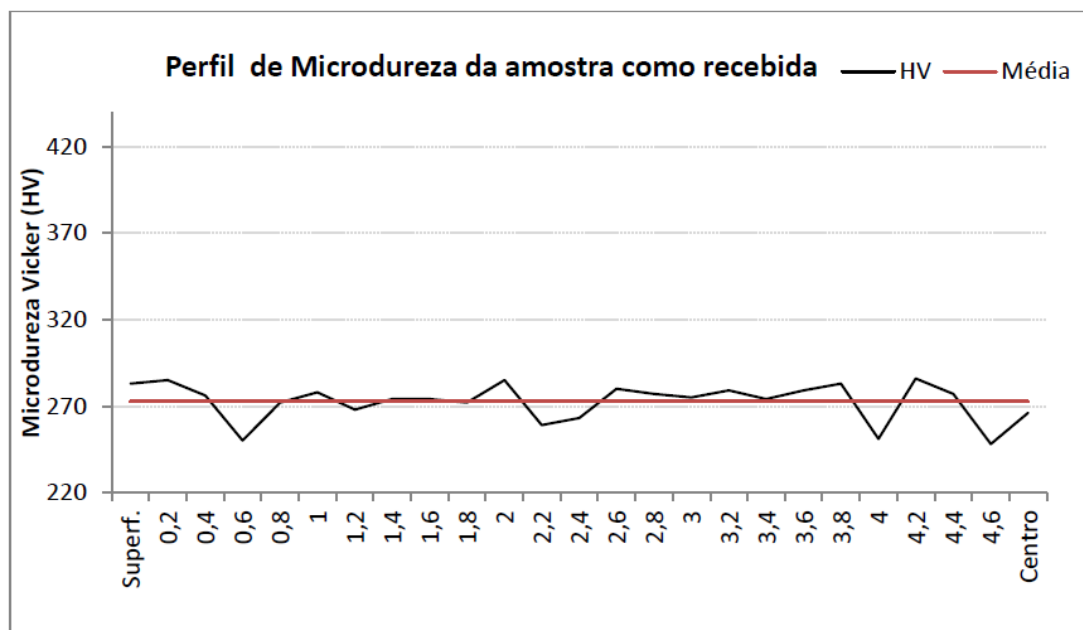


Fonte: Próprio Autor

5.2 PERFIS DE MICRODUREZA

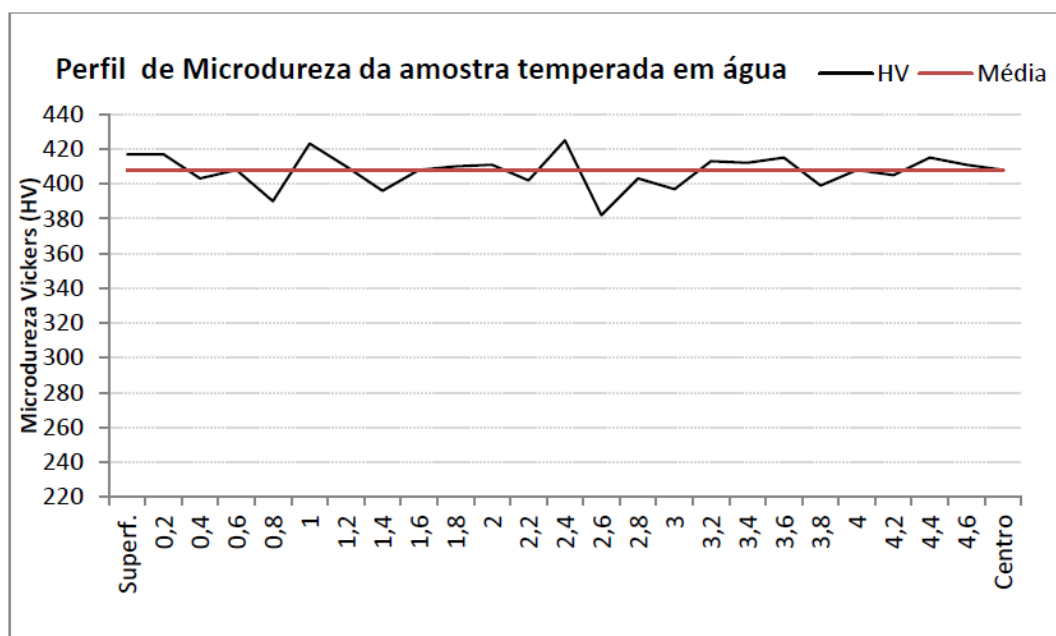
Com o intuito de melhor analisar do efeito do tratamento térmico nas propriedades mecânicas do aço A333 9% Ni, foram levantados os perfis de microdureza para os tratamentos térmicos realizados neste trabalho. As Figura 25 a Figura 30 apresentam respectivamente os perfis de dureza das amostras como recebida, temperada em água, temperada em óleo, normalizada, resfriada ao forno e temperatura subcrítica. Nos gráficos, as linhas pontilhadas pretas significam a média de microdureza da amostra.

Figura 25 - Perfil de Microdureza da amostra como recebida.



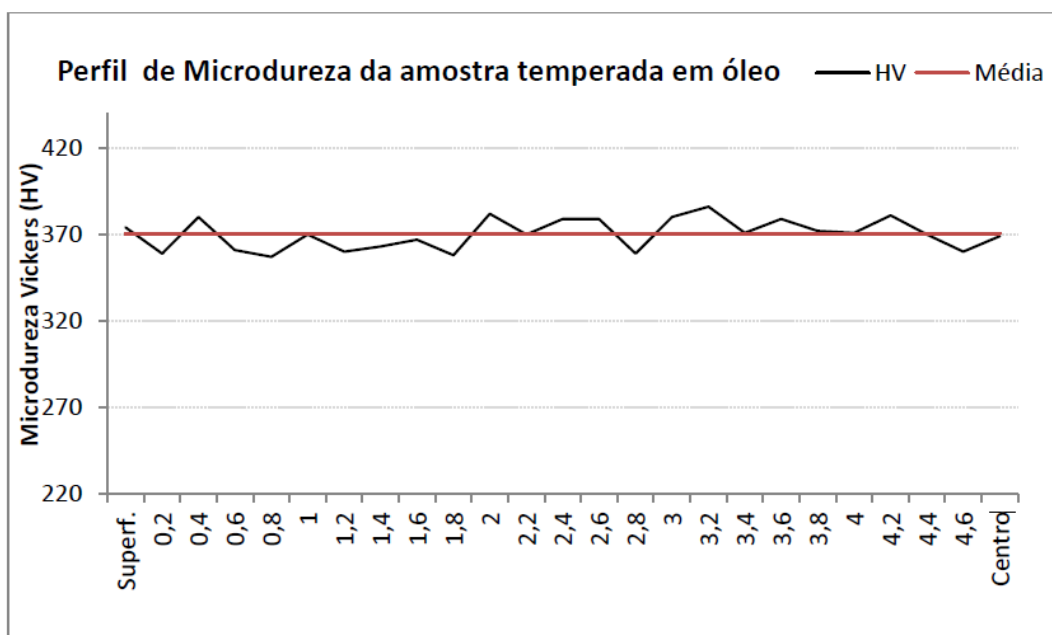
Fonte: Próprio Autor

Figura 26 - Perfil de Microdureza da amostra temperada em água.



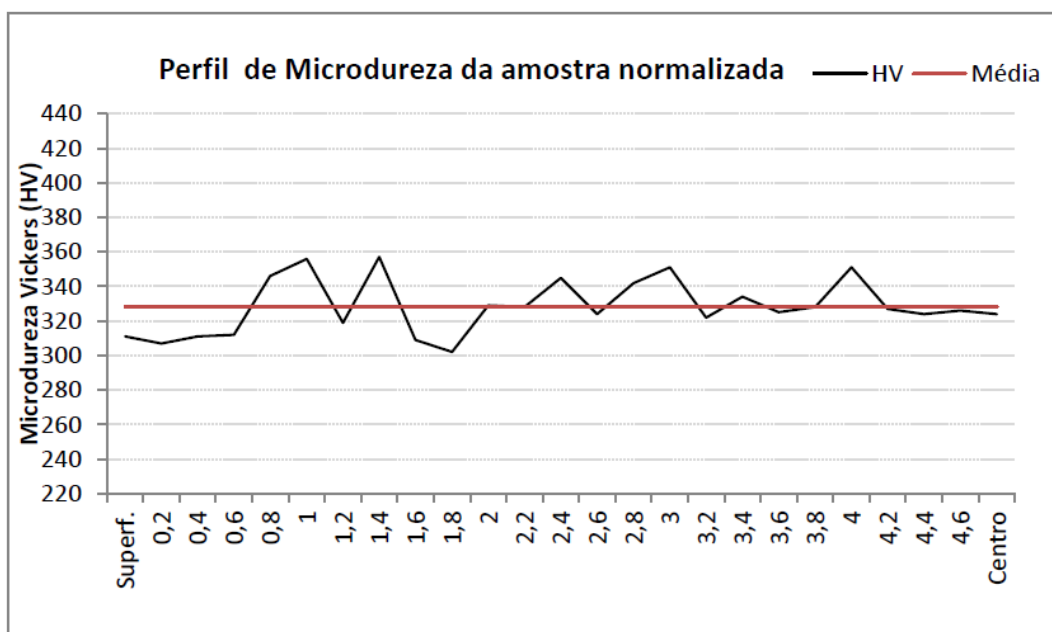
Fonte: Próprio Autor

Figura 27 - Perfil de Microdureza da amostra temperada em óleo.



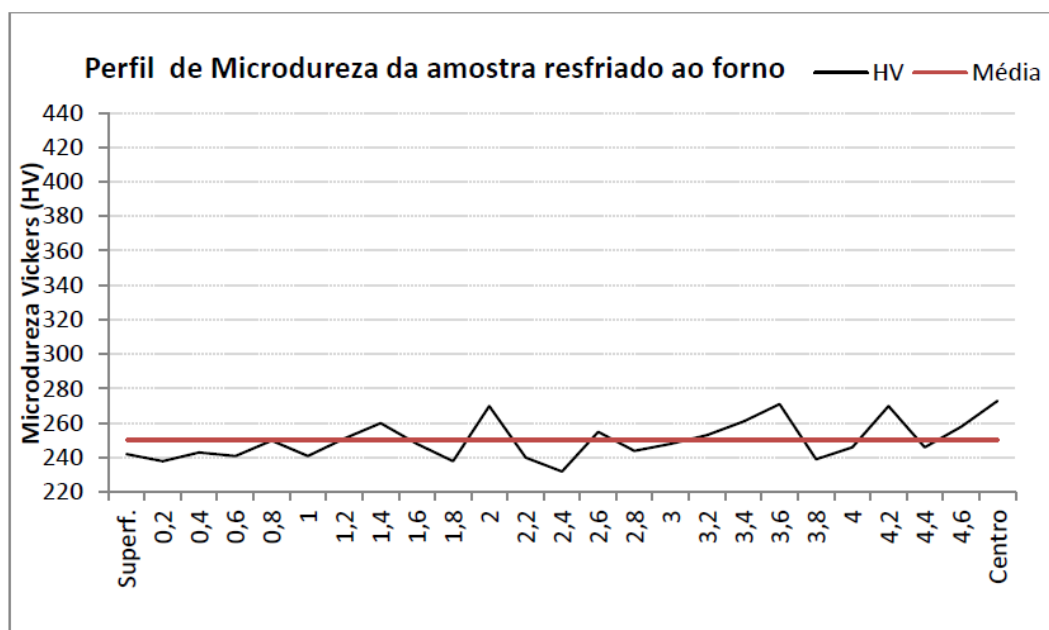
Fonte: Próprio Autor

Figura 28 - Perfil de Microdureza da amostra normalizada.



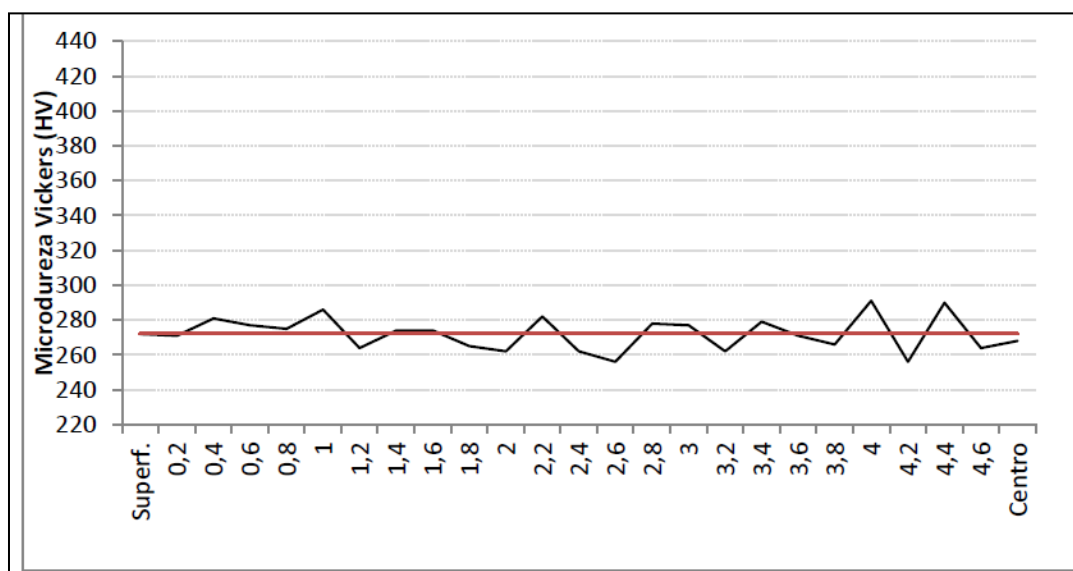
Fonte: Próprio Autor

Figura 29 - Perfil de Microdureza da amostra resfriada ao forno.



Fonte: Próprio Autor

Figura 30 - Perfil de Microdureza da amostra na temperatura subcrítica.



Fonte: Próprio Autor

Em todas as amostras, a dureza medida próximo à superfície não mostrou variância significativa em comparação aos pontos próximos ao centro. Isso indica que a microestrutura não variou significativamente ao longo da seção transversal da amostra. Um dos fatores para essa homogeneidade da microestrutura é a alta temperabilidade do aço 9% Ni e o tamanho reduzido da seção transversal das amostras.

Para as amostras com microestrutura semelhantes, foi feito uma Análise de Variância (ANOVA) das microdurezas para determinar se os valores possuem diferenças significativas. As amostras selecionadas para serem comparadas são mostradas na Tabela 4.

Tabela 4 - Amostras selecionadas para a amostra de variância.

Microestrutura Predominante	Amostras Selecionadas
Martensita	Temperada em Água (W)
	Temperada em Óleo (O)
Martensita + Bainita	Normalizada (N)
	Resfriada ao Forno (F)
Bainita + Martensita Revenida	Como Recebida (CR)
	Temperada na Temperatura Subcrítica (I)

Fonte: Próprio Autor

A ANOVA das amostras como microestrutura martensítica foi analisada e os resultados mostrados na Tabela 5. A hipótese H_0 considera que $\mu_1 = \mu_2$, ou seja que as médias não possuam diferenças significativas. Nas amostras martensíticas o F calculado foi igual a 200,249 que é maior que o $F_{crítico}$ que foi de 4,042. Dessa forma a hipótese não é válida, a média das microdurezas da amostra temperada em água é diferente da amostra temperada em óleo.

A diferença nesses resultados pode ser o fato que na microestrutura temperada em óleo foi possível distinguir frações pequenas de uma fase que pode ser austenita retida que não foram identificadas na amostra temperada em água. Como as

propriedades de dureza da austenita são menores que de martensita, isso pode explicar a diferença obtida nos resultados de dureza.

Tabela 5 - ANOVA entre as amostras temperadas em água e em óleo.

RESUMO						
Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância		
Temperada ao Óleo	25	9257	370,28	78,29333		
Temperada em água	25	10188	407,52	94,84333		
ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	17335,22	1	17335,22	200,249	9,47E-19	4,042652
Dentro dos grupos	4155,28	48	86,56833			

Fonte: Próprio Autor

A ANOVA das amostras com microestrutura martensítica e bainítica foi analisada e os resultados mostrados na Tabela 6. Nas amostras analisadas o F calculado foi igual a 393,85 que é maior que o $F_{crítico}$ que foi de 4,042. Dessa forma a hipótese não é válida, a média das microdurezas da amostra normalizada é diferente da amostra resfriada ao forno. As taxas de resfriamento foram muito diferentes entre as duas amostras, como a amostra resfriada ao forno teve resfriamento mais lento, a fração de bainita formada foi bem maior.

Tabela 6 - ANOVA entre as amostras normalizada e resfriada ao forno.

RESUMO						
Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância		
Normalizado	25	8210	328,4	250,6667		
Resfriado ao Forno	25	6258	250,32	136,31		
ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	76206,08	1	76206,08	393,8536	8,83E-25	4,042652
Dentro dos grupos	9287,44	48	193,4883			

Fonte: Próprio Autor

A ANOVA das amostras com microestrutura bainítica foi analisada e os resultados mostrados na Tabela 7. Nas amostras analisadas o F calculado foi igual a 0,0227 que é menor que o $F_{crítico}$ que foi de 4,042. Dessa forma a hipótese é válida, a média das microdurezas da amostra na temperatura subcrítica não possui diferença significativa da amostra como recebida. Dessa forma o aquecimento a temperatura subcrítica não teve efeito sobre a microdureza do material.

Tabela 7 - ANOVA entre a amostra aquecida na temperatura subcrítica e como recebida.

RESUMO						
Grupo	Contagem	Soma	Média	Variância		
Como Recebido	25	6814	272,56	119,0067		
Subcrítico	25	6803	272,12	94,02667		
ANOVA						
Fonte da variação	SQ	gl	MQ	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	2,42	1	2,42	0,022719	0,880821	4,042652
Dentro dos grupos	5112,8	48	106,5167			

Fonte: Próprio Autor

6. CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos e apresentados no trabalho sobre efeito dos tratamentos térmicos sobre a microestrutura do aço ASTM A333 grau 8, foi possível concluir:

- ✓ O aço ASTM A333 possui uma alta temperabilidade tanto a amostra resfriada em água, quanto a ao óleo, apresentaram microestrutura martensítica, e nas amostras resfriadas ao ar uma grande fração de martensita foi observada;
- ✓ A amostra recozida, devido a taxas lentas de resfriamento apresentou uma estrutura bainítica que foi só possível distinguir da martensita após o segundo ataque com solução aquosa de metabissulfeto de sódio;
- ✓ A amostra aquecida até a temperatura subcrítica de 560 °C não sofreu alteração relevante em sua microestrutura, quando observadas por microscopia ótica;
- ✓ A microdureza das amostras temperadas a água e ao óleo apresentaram valores distintos que pode ter sido causado pela a presença de austenita retida observada apenas na amostra temperada em óleo;
- ✓ A amostra resfriada ao ar apresentou microdureza um pouco abaixo das amostras temperadas em água e óleo, pois a taxa de resfriamento foi lenta o suficiente para que iniciasse a formação da fase bainítica na amostra;
- ✓ A microdureza da amostra revenida na temperatura subcrítica de 560 °C não teve diferenças significativas em comparação com a amostra recebida.

7. BIBLIOGRAFIA

ANP. (2010). *O Gás Natural Liquefeito no Brasil – Experiência da ANP na implantação dos projetos*. Rio de Janeiro: ANP.

ASM. (1990). *Properties and Selection: Iron Steels and High Performance Alloy*. ASM Internacional.

ASTM. (1985). ASTM E384 – 72 - Standard Methods for Microhardness Vickers of Material. 559-579.

ASTM. (2011). A333 A333M Standard Specification for Seamless and Welded Steel Pipe for Low-Temperature Service.

Bhadeshia, H. K. (2001). *Bainite in Steels*. Institute of Materials, Minerals and Mining.

Callister, W. D. (2002). *Fundamentals of Materials Science and Engineering*. Utah: John Wiley & Sons, Inc.

Dieter, G. E. (1988). *Mechanical Metallurgy*. Londres: McGraw-Hill Book Company.

INCO. (s.d.). *Isothermal Transformation Diagrams of Nickel Alloys Steel*. Saddle Brook.

Kim, S. C. (2001). Weld Metal Impact Toughness of Electron Beam Welded 9% Ni Steel. *J. Mater. Sci*(36), pp. 1197-1200.

Pelling, T. (2007). Oil Patch Performance. *Nickel Magazine*, 23(1), 7.

Pense, A. a. (1975). *Fracture Toughness and Related Characteristics of the Cryogenic Nickel Steel*. INCO.

Rinebol, J. A. (1967). *Fracture of Structural Materials*. Nova Iorque: John Wiley & Sons, Inc.

Shillmoller, C. M. (March de 1987). Nickel Steel in Artic Service. *Corrosion*, pp. 9-13.

Shin, H. H. (2000). Impact Tensile Behaviors of 9% Nickel Steel at Low Temperature. *Int. J. Impact. Eng*, pp. 571-581.

Zhang, J. H. (13 de Setembro de 2013). Effect of Heat Treatment Process on Mechanical Properties and Microstructure of a 9% Ni Steel for Large LNG Storage Tanks. *Journal of Materials Engineering and Performance*.