

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
Escola de Engenharia

Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

PPGE3M

RESISTÊNCIA À CORROSÃO E MORFOLOGIA DE JUNTA SOLDADA DE  
INCONEL 625

**Leandro Brunholi Ramos**

Dissertação para obtenção do Título de Mestre em Engenharia

Porto Alegre  
2017

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
Escola de Engenharia

Programa de Pós Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

PPGE3M

**Resistência à corrosão e morfologia de junta soldada de inconel 625**

Leandro Brunholi Ramos  
Engenheiro Metalúrgico

Trabalho realizado no Departamento de Metalurgia da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Ciência e Tecnologia dos Materiais

Porto Alegre  
2017

Esta dissertação foi julgada adequada para obtenção do título de Mestre em Engenharia, área de concentração em Ciência e Tecnologia dos Materiais, e aprovada em sua forma final, pelo orientador e pela Banca Examinadora do Programa de Pós-Graduação.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Célia de Fraga Malfatti

Co-orientador: Dr. Roberto Moreira Schroeder

Banca examinadora:

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Cintia Cristiane Petry Mazzaferro (PROMEC /UFRGS)

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Eleani Maria da Costa (PGETEMA /PUCRS)

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Iduvirges Lourdes Muller (PPGE3M/UFRGS)

Dr. Leonardo Marasca Antonini (DEMET – UFRGS)

Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann

Coordenador do PPGE3M

## AGRADECIMENTOS

À Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Célia de Fraga Malfatti pela orientação, aconselhamento e conhecimento transmitido.

Ao Prof. Dr. Roberto Moreira Schroeder pela orientação, aconselhamento e conhecimento transmitido. Agradeço também pelas longas reuniões/conversas que tivemos.

À Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Iduvirges Lourdes Muller pelo aconselhamento e conhecimento transmitido.

À minha família, em especial aos meus pais, Rui Guilherme Sousa Ramos e Gisele Brunholi Ramos, e a minha irmã Bruna Brunholi Ramos, pelo incentivo, pelo amor, pelos valores e pela educação que sempre puderam me proporcionar. Assim como aos meus avós, tios, tias, primos e primas.

À minha companheira Jéssica Franceschini Bomzanini que sempre esteve ao meu lado me motivando e me dando muita força para seguir em frente. Agradeço a seus familiares Terezinha Piazzetta, Rejane Bomzanin, Fabrício Ribeiro Sales e Arthur Bomzanini Sales.

Ao Laboratório de Pesquisa em Corrosão da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LAPEC - UFRGS) e a todos os colegas pelo companheirismo e eventual auxílio e aconselhamento na realização dos ensaios. Em especial aos colegas Leonardo Simoni e Leonardo Marasca Antonini.

Ao Laboratório de Soldagem & Técnicas Conexas da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LS&TC – UFRGS) por ter disponibilizado a equipe e os aparatos para a realização da solda.

Aos meus eternos colegas do Colégio Militar de Porto Alegre, “Ehvós”. Agradeço por todos os bons momentos que sempre tivemos em reuniões e encontros. Agradeço também pelos inesquecíveis finais de ano que passamos juntos.

Aos meus colegas do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE) pelos ensinamentos e pelo companheirismo.

## SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS.....	IV
SUMÁRIO.....	V
LISTA DE FIGURAS.....	IX
LISTA DE TABELAS.....	XII
LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS.....	XIII
RESUMO.....	XIV
ABSTRACT.....	XV
1.0 INTRODUÇÃO.....	1
2.0 OBJETIVOS.....	4
3.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
3.1 Superligas de Níquel.....	5
3.1.1 Histórico.....	6
3.1.2 Aplicações.....	10
3.1.3 Classificação.....	11
3.2 Superliga de Níquel: Inconel 625.....	12
3.2.1 Aspectos Gerais.....	12
3.2.2 Metalurgia Física.....	12
3.2.3 Resistência à Corrosão.....	12
3.2.4 Soldabilidade.....	13
3.3 Corrosão.....	13
3.3.1 Corrosão Uniforme.....	13
3.3.2 Corrosão Localizada.....	14
3.3.2.1 Corrosão Intergranular.....	14

3.3.2.2 Corrosão por Pites.....	16
3.3.2.3 Corrosão em Frestas.....	18
3.3.3 Dissolução Transpassiva.....	19
3.4 Soldagem.....	20
3.4.1 Fundamentos de Soldagem.....	22
3.4.2 Classificação dos Processos de Soldagem.....	23
3.4.3.Soldagem por Fusão a Arco Elétrico com Eletrodo Revestido.....	24
3.5 Eletrodo ENiCrMo-3.....	24
3.6 Ensaio Eletroquímicos.....	25
3.6.1 Curvas de Polarização Potenciodinâmicas.....	26
3.6.2 Ensaio de Resistência à Corrosão por Pites.....	26
3.6.2.1 Caracterização do Potencial de Pite ( $E_{\text{pite}}$ ).....	26
3.6.2.2 Ensaio de Resistência à Corrosão por Pite por Imersão em Cloreto Férrico ( $\text{FeCl}_3$ ).....	28
3.6.3 Método Eletroquímico de Reativação Potenciodinâmica de Varredura Cíclica.....	28
4.0 MATERIAIS E MÉTODOS.....	32
4.1 Superliga Inconel 625.....	32
4.2 Soldagem.....	33
4.3 Caracterização da Junta Soldada.....	34
4.3.1 Caracterização Morfológica.....	35

4.3.1.1 Microscopia Óptica.....	35
4.3.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura de Alta Resolução (MEV-FEG) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).....	35
4.3.2 Caracterização quanto à Dureza.....	36
4.3.3 Caracterização Eletroquímica.....	37
4.3.3.1 Polarização Potenciodinâmica.....	38
4.3.3.2 Resistência à Corrosão por Pites.....	40
4.3.3.2.1 Caracterização do Potencial de Pite ( $E_{pite}$ ).....	40
4.3.3.2.2 Resistência à Corrosão por Pites por Ensaio de Imersão.....	42
4.3.3.3 Método Eletroquímico De Reativação Potenciodinâmica de Varredura Cíclica.....	43
4.3.3.4 Polarização Potenciodinâmica Cíclica.....	44
4.3.3.5 Soluções e Parâmetros dos Ensaio.....	45
5.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	46
5.1 Junta soldada.....	46
5.2 Caracterização da Junta Soldada.....	46
5.2.1 Caracterização Morfológica.....	47
5.2.1.1 Microscopia Optica.....	47
5.2.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura de Alta Resolução (MEV-FEG) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS).....	54

5.2.1.2.1 Metal Base.....	54
5.2.1.2.2 Zona Afetada pelo Calor.....	56
5.2.1.2.3 Metal de Solda.....	58
5.2.2 Caracterização quanto à Dureza.....	60
5.2.3 Caracterização Eletroquímica.....	61
5.2.3.1 Polarização Potenciodinâmica.....	61
5.2.3.2 Resistência à Corrosão por Pites.....	67
5.2.3.2.1 Caracterização do Potencial de Pite ( $E_{\text{pite}}$ ) .....	67
5.2.3.2.2 Resistência à Corrosão por Pite por Teste de Imersão....	72
5.2.3.3 Método Eletroquímico de Reativação Potenciodinâmica de Varredura Cíclica.....	76
5.2.3.4 Polarização Potenciodinâmica Cíclica.....	80
6.0 CONCLUSÕES.....	84
7.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	86
8.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	87

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Famílias das superligas.....	5
Figura 2. Energia Nuclear no Mundo: Parque Instalado de Geração Nuclear.....	6
Figura 3. Produção científica sobre superligas de níquel.....	7
Figura 4. Revestimento de superliga sobre aço carbono. Tubo cladeado para indústria do petróleo e gás..	8
Figura 5. Esquema do processo de aspersão térmica tipo HVOF.....	9
Figura 6. Distribuição gráfica da produção científica sobre superliga de níquel.....	9
Figura 7. Diagrama de pourbaix para o cromo, à 25 °C e em soluções não contendo íons cloreto.....	19
Figura 8. Ilustração teórica dos processos de soldagem. a) soldagem por pressão e b) soldagem por fusão. .....	22
Figura 9. Esquema dos tipos de soldagem.....	23
Figura 10. Curvas esquemáticas obtidas com a aplicação da norma ASTM G61 [66].....	27
Figura 11. Curvas esquemáticas obtidas com a aplicação da norma ASTM G108-94 [70].....	29
Figura 12. Curva esquemática obtida pelo método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica.....	30
Figura 13. Fluxograma esquemático da metodologia utilizada neste trabalho.....	32
Figura 14. Esquema da solda (fora de escala).....	33
Figura 15. Esquema dos cortes realizados pelo processo de jato d'água para obtenção das amostras.....	34
Figura 16. Representação de onde foi realizado o ensaio de microdureza Vickers (sem escala).....	36
Figura 17. Ilustração para identificar o local exato no qual foram realizados os ensaios eletroquímicos.....	38
Figura 18. Célula de três eletrodos empregada nos ensaios eletroquímicos.....	39
Figura 19. Célula de três eletrodos utilizada para os ensaios a 90 °C e equipamentos auxiliares. a) banho termostático para o aquecimento e circulação da água quente e gaiola de Faraday para diminuir ruídos externos; b) aparatos da célula de três eletrodos para os ensaios a 90 °C, .....	41
Figura 20. Ensaio de imersão segundo ASTM G48-03 - método A. a) esquema de montagem; b) detalhes de como a amostra foi suspensa.....	42
Figura 21. Imagem de topo da junta soldada Inconel-Inconel realizada pela técnica de soldagem a arco com eletrodo revestido (ENiCrMo-3).....	46
Figura 22. Macrografia e micrografia da junta soldada Inconel-Inconel realizada pela técnica de eletrodo revestido (ENiCrMo-3). a) macrografia da secção transversal da junta soldada com números	

indicativos dos passes de soldagem; b) microestrutura do metal base (MB); c) e d) microestrutura da zona afetada pelo calor (ZAC); e) microestrutura do metal de solda (MS). Ataque químico com reagente Adler. ....	47
Figura 23. Imagem obtida para o metal base por microscopia eletrônica de varredura de alta resolução.	53
Figura 24. Análise da composição química do metal base por espectroscopia de energia dispersiva. ....	54
Figura 25. Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de alta resolução da zona afetada pelo calor. a) zona de crescimento de grão e b) zona de refino de grão. ....	55
Figura 26. Análise da composição química da zona afetada pelo calor por espectroscopia de energia dispersiva realizada na. ....	56
Figura 27. Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de alta resolução do metal de solda. a) aumento de 2500 vezes e b) aumento de 5000 vezes. ....	57
Figura 28. Análise da composição química do metal de solda por espectroscopia de energia dispersiva.	58
Figura 29. Perfil de dureza da junta soldada. ....	59
Figura 30. Curvas de polarização potenciodinâmicas obtidas em duas regiões da junta soldada de Inconel 625 (Metal Base e Metal de Solda) em solução de 3,5% NaCl (pH=6,5). Ensaio sem agitação, à temperatura ambiente e solução normalmente arejada. Varredura de -300 mV até +1200 mV VS. OCP com velocidade de varredura de 0,5 mV/s. ....	61
Figura 31. Curvas de polarização potenciodinâmicas, obtidas em diferentes regiões da junta soldada de Inconel 625 (Metal Base e Metal de Solda) em solução de 3,5% NaCl + 0,01 mol/L Na <sub>2</sub> S <sub>3</sub> O <sub>3</sub> (pH = 6,5). Ensaio sem agitação, à temperatura ambiente e solução normalmente arejada. Varredura de -300 mV até +1200 mV VS. OCP com velocidade de varredura de 0,5 mV/s. ....	62
Figura 32. Curvas de polarização potenciodinâmicas obtidas em diferentes regiões da junta soldada de Inconel 625 (Metal Base e Metal de Solda) em solução de 3,5% NaCl + 1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (pH = 0,32). Ensaio sem agitação, à temperatura ambiente e solução desaerada com nitrogênio por 2 horas. Varredura de -300 mV até +1200 mV VS. OCP com velocidade de varredura de 0,5 mV/s. ....	64
Figura 33. Varreduras anódicas cíclicas baseadas na norma ASTM G61-83 <sup>(66)</sup> . Curvas obtidas em duas regiões da junta soldada de Inconel 625 (Metal Base e Metal de Solda) em solução de 3,5% NaCl (pH 6,5) e solução normalmente arejada. Ensaio sem agitação e à temperatura ambiente. Varredura partindo do OCP até o vértice de 5 mA/cm <sup>2</sup> e voltando até o OCP com velocidade de varredura de 0,1667 mV/s. ....	67
Figura 34. Varreduras anódicas cíclicas baseadas na norma ASTM G61-83 <sup>(66)</sup> com modificação na temperatura de ensaio. Curvas obtidas em duas regiões da junta soldada de Inconel 625 em	

solução de 3,5% NaCl (pH= 6,5). Ensaio sem agitação e à 90 °C. Varredura partindo do OCP até o vértice de 5 mA/cm <sup>2</sup> e voltando até o OCP com velocidade de varredura de 0,1667 mV/s. ....	69
Figura 35. Morfologia dos pites encontrados no metal base proveniente do ensaio de imersão. a) pite circular; e b) pite acircular. ....	73
Figura 36. Morfologia dos pites encontrados no metal de solda proveniente do ensaio de imersão. a) pite circular; e b) pite acircular. ....	73
Figura 37. Curva obtida aplicando o método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica. A curva foi obtida no metal base da junta soldada de Inconel 625 em solução de 146 mL/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> + 120 mL/L de HCl + 97 mg/L de KSCN + 734 mL/L água deionizada (pH aproximadamente 0,1). Ensaio realizado em temperatura ambiente com varredura partindo de -100 mV vs. OCP até o vértice de +150 mV vs. ECS e voltando até -100 mV vs. OCP com velocidade de varredura de 1,667 mV/s.....	75
Figura 38. Curva obtida aplicando o método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica. A curva foi obtida do metal de solda da junta soldada de Inconel 625 em solução de 146 mL/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> + 120 mL/L de HCl + 97 mg/L de KSCN + 734 mL/L água deionizada. Ensaio realizado em temperatura ambiente com varredura partindo de -100 mV vs. OCP até o vértice de +150 mV vs. ECS e voltando até -100 mV vs. OCP com velocidade de varredura de 1,667 mV/s. O pH da solução é de aproximadamente 0,1. ....	76
Figura 39. Resultados plotados dos valores extraídos das curvas obtidas aplicando o método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica. ....	78
Figura 40. Curvas de polarização potenciodinâmica cíclica. ....	80

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Composição química de alguns tipos de Inconel. Cabe salientar que os valores mostrados nessa tabela são os máximos permitidos. ....	11
Tabela 2. Composição química da liga Inconel 625. ....	33
Tabela 3. Composição química do eletrodo ENiCrMo-3. ....	34
Tabela 4. Metodologias e parâmetros empregados para os ensaios eletroquímicos. ....	45
Tabela 5. Resultados de $E_{corr}$ e $i_{corr}$ obtidos pela extrapolação das retas de Tafel e valores de $E_{transp}$ e $E_{evo\ O_2}$ extraídas das curvas de polarização potenciodinâmicas em solução de 3,5% NaCl e pH 6,5. ....	61
Tabela 6. Resultados de $E_{corr}$ e $i_{corr}$ obtidos pela extrapolação das retas de Tafel e valores de $E_{transp}$ e $E_{evo\ O_2}$ extraídas das curvas de polarização potenciodinâmicas em solução de 3,5% NaCl + 0,01 mol/L Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> e pH 6,5. ....	63
Tabela 7. Resultados de $E_{corr}$ e $i_{corr}$ obtidos pela extrapolação das retas de Tafel e valores de $E_{transp}$ e $E_{evo\ O_2}$ extraídas das curvas de polarização potenciodinâmicas em solução de 3,5% NaCl + 1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> e pH 0,32. ....	64
Tabela 8. Resultados obtidos do teste de imersão por 72 h na solução de 6% cloreto férrico a 50 °C, baseado na norma ASTM G48-03(67). ....	71
Tabela 9. Resultados extraídos das curvas obtidas aplicando o método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica. ....	78
Tabela 10. Resultados obtidos pela extrapolação das retas de Tafel extraídas das curvas de polarização potenciodinâmica cíclica. ....	81

## LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

ASTM: American Society for Testing and Materials

CP: Corpo de Prova

ECS: Eletrodo de Calomelano Saturado

EDS: Espectroscopia de Energia Dispersiva

$i$ : Densidade de corrente

$L$ : espessura da amostra

MEV: Microscopia Eletrônica de Varredura

MO: Microscopia Óptica

mVECS: milivolts em relação ao eletrodo de calomelano saturado

OCP: Open Circuit Potential – Potencial de circuito aberto

$t$ : tempo.

VECS: Volts em relação ao eletrodo de calomelano saturado

Ni: níquel

Cr: cromo

Mo: molibdênio

ENiCrMo: eletrodo revestido para soldagem de Inconel

## RESUMO

As superligas de níquel apresentam boa combinação de resistência à corrosão e à oxidação, resistência mecânica, resistência à fadiga e resistência à fluência. Além disso, apresentam bom desempenho operacional em temperaturas próximas à temperatura de fusão da liga. Estudos apontam à possibilidade de se obter aço carbono revestido com a superliga de níquel Inconel 625 pelo processo de cladeamento e pelo processo de aspersão térmica. A presença de molibdênio na composição química do Inconel625 garante excelente resistência à corrosão por pites e por fresta, enquanto o nióbio confere alta soldabilidade e resistência à corrosão intergranular a essas ligas. O processo de soldagem é amplamente usado em processos industriais e pode ser aplicado em uma junta Inconel-Inconel, podendo modificar alguma propriedade dessa liga. O objetivo do presente trabalho é estudar uma junta soldada de Inconel 625, obtida pelo processo de soldagem por fusão a arco elétrico com o uso de eletrodo revestido ENiCrMo-3, quanto à morfologia estrutural, à dureza e à resistência à corrosão. A morfologia foi avaliada por microscopia óptica, por microscopia eletrônica de varredura e por espectroscopia de energia dispersiva. A propriedade mecânica de dureza foi avaliada a partir do perfil de microdureza Vickers ao longo da junta soldada. Para avaliar a resistência à corrosão da junta soldada foram realizados os ensaios de polarização potenciodinâmica, reativação potenciodinâmica de varredura cíclica (norma ASTM G108-94), polarização potenciodinâmica cíclica e ensaio de imersão (norma ASTM G48-03). Também avaliou-se a susceptibilidade à corrosão por pites pela norma ASTM G61-86 a temperatura ambiente e a 90 °C. Para a polarização potenciodinâmica, três diferentes eletrólitos foram empregados: 3,5% NaCl, 3,5% NaCl + 0,01 mol/L Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 3,5% NaCl + 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Os resultados obtidos mostraram que o metal de solda apresenta uma microestrutura dendrítica com precipitados de Nb e de Mo nas regiões interdendríticas. O desempenho quanto à resistência à corrosão foi satisfatório nos meios estudados, considerando as características dessas ligas. No entanto, a junta soldada apresentou maior suscetibilidade à corrosão por pites e à corrosão localizada comparativamente ao metal base. O filme passivo formado no metal base é melhor constituído do que o filme passivo formado no metal de solda.

Palavras-chave: Inconel 625; Soldagem; Corrosão; Microestrutura.

## ABSTRACT

Nickel superalloys show a good combination of corrosion, oxidation and creep resistance as well as mechanical and fatigue strength. These alloys can operate at temperatures close to their melting temperature. The Inconel 625 has desired characteristics for application in environments that require high corrosion resistance, such as in oil and gas exploitation. Some studies show the possibility of obtaining a coating of Inconel 625 onto carbon steel by the cladding process and by the thermal spray process. The molybdenum content in Inconel 625 ensures excellent resistance to pitting and crevice, while the niobium content gives high weldability to these alloys. The welding process is practically present in all industrial plants, so an Inconel-Inconel joint is unavoidable. However, the welding can lead to changes in the properties of these superalloys. Therefore, the present work aims to study the structural morphology, hardness and corrosion resistance of a welded joint of Inconel 625 obtained by the electric arc fusion welding process with ENICrMo-3 covered electrode. The morphology was evaluated by optical microscopy, scanning electron microscopy and dispersive energy spectroscopy. Hardness was studied by Vickers microhardness profile along the welded joint. In order to evaluate the corrosion resistance of the welded joint, the Potentiodynamic polarization, potentiodynamic cyclic sweep reactivation (ASTM G108-94), cyclic potentiodynamic polarization and immersion test (ASTM G48-03) were performed. Also susceptibility to pitting corrosion was assessed by ASTM G61-86 at room temperature and at 90 ° C. Potentiodynamic polarization curves were performed in three different solutions to evaluate the corrosion resistance: 3.5% NaCl, 3.5% NaCl + 0.01 mol / L Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and 3.5% NaCl + 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. The results show that the weld metal has a dendritic microstructure with precipitates of Nb and Mo in the interdendritic regions. The corrosion performance in environments close to the environments of possible applications was satisfactory considering the resistance of these alloys, but the specific welded joint was more susceptible to corrosion by pits and localized corrosion. The passive film formed in the base metal was better formed than the passive film formed in the welded metal.

Keywords: Inconel 625; Weldment; Corrosion; Microstructure.

## 1.0 INTRODUÇÃO

A descoberta do pré-sal na costa brasileira aumentará, significativamente, a produção de petróleo no Brasil nos próximos anos. O desenvolvimento de novas tecnologias e de novos materiais cresce, visto que as condições de exploração de petróleo nessas áreas profundas exigem materiais de elevada resistência à corrosão em ambientes contendo cloreto.

Existem ligas especiais que exibem uma excelente combinação de resistência mecânica e resistência à oxidação. Essas superligas apresentam três grandes famílias: a base de níquel, a base de níquel-ferro e a base de cobalto [1]. Dentre essas, as mais utilizadas são as superligas a base de níquel, pois se conseguem componentes de engenharia de alto desempenho mecânica e de alta resistência à corrosão em ambientes agressivos utilizando essas ligas [2], [3].

As superligas a base de níquel foram desenvolvidas por volta de 1930 nos Estados Unidos da América. Ao longo dos anos, essas ligas passaram a ser utilizadas em diversas aplicações (turbinas de jatos, motores de foguetes, veículos espaciais, reatores nucleares, submarinos, usinas termoelétricas, equipamento petroquímico, entre outros exemplos) [5], [6]. No final da década de 80, começo dos anos 90, houve um grande número de pesquisas em superligas de níquel, devido à aplicação dessas ligas nas indústrias de geração de energia nuclear. Entretanto, a queda na produção de energia nuclear, possivelmente devido ao acidente ocorrido em 1986, na cidade ucraniana de Chernobyl [7], somada ao surgimento de novas ligas em substituição a essas superligas, cominou em uma queda de pesquisas científicas sobre as superligas de níquel. No entanto, nos últimos anos, a descoberta do pré-sal motivou novas pesquisas sobre novas tecnologias de proteção contra corrosão dos dispositivos utilizados para a extração de petróleo e gás [14]. Salienta-se que estudos reportados na literatura propõem que revestimentos a base de superligas de níquel sejam obtidos pelo processo de aspensão térmica [17] e pelo processo de cladeamento [21], como alternativa mais barata de proteger contra corrosão os aços carbono comumente utilizados pelas indústrias petrolíferas.

Os elementos presentes, majoritariamente, na composição química das superligas de níquel são o níquel e o cromo, garantindo uma boa resistência à corrosão. Outros elementos

químicos podem ser encontrados nas superligas de níquel, levando a uma subdivisão por séries dessas ligas. A superliga de níquel da série Inconel 625 apresenta molibdênio, o qual confere a essas superligas melhores desempenhos na corrosão localizada tipo pite e tipo fresta, e nióbio, o qual confere a essas superligas uma excelente soldabilidade e maior resistência à corrosão intergranular [1]-[3], [20]. O Inconel 625 apresenta melhores propriedades de resistência contra a corrosão em comparação a outras superligas de níquel, indicando um grande potencial para aplicação em ambientes de exploração de petróleo [3], [14].

Na fabricação de peças metálicas, o processo de união de componentes é praticamente indispensável, já que a confecção de peças grandes e/ou de alta complexidade não é trivial. A técnica de soldagem por fusão a arco elétrico com o uso de eletrodo revestido é extremamente versátil em termos de materiais soldáveis e aplicabilidade, podendo ser utilizado em linhas de produção, de manutenção e de montagens em campo [54], [62]. O consumível ENiCrMo-3 é recomendado para juntas Inconel-Inconel, assim como para juntas dissimilares de Inconel 625. Contudo, tal processo, devido à energia de soldagem para a realização da solda, pode modificar as propriedades das superligas. A região do metal de solda apresenta, geralmente, uma microestrutura dendrítica com precipitados interdendríticos, podendo favorecer os mecanismos de corrosão localizada e, conseqüentemente, ocorrendo a deterioração indesejada da junta soldada.

Portanto, motivada pela hipótese de a superliga de níquel Inconel 625 ser utilizada em ambientes agressivos, o presente trabalho visa estudar a junta soldada de Inconel 625, no que diz respeito à morfologia, à dureza e à corrosão. Cabe salientar que uma junta Inconel-Inconel é obtida tanto em uma união de componentes maciços como em uma união de componentes revestidos com Inconel, visto que, em algum lugar desse componente, haverá a soldagem de superliga com superliga.

Por fim, estudos recentes mostram que os revestimentos de Inconel 625 sobre aços de baixa liga e alta resistência podem ser promissores quanto à aplicação em ambientes agressivos contendo  $H_2S$  [8], [13], [21]. Entretanto, alguns estudos mostraram que, na região da zona afetada pelo calor, surgiram pequenas fissuras na superfície devido à elevada dureza na região, além de serem observados pites, causados pela dissolução de inclusão não metálica em meio corrosivo,

mostrando a necessidade de maiores estudos no que diz respeito à resistência à corrosão de junta soldada de Inconel 625.

Este estudo, portanto, é de interesse às indústrias que utilizam juntas soldadas da superliga Inconel 625, como as indústrias marítimas, as indústrias petroquímicas, as indústrias químicas, as indústrias petrolíferas e as indústrias nucleares.

## 2.0 OBJETIVOS

O presente trabalho objetiva estudar uma junta soldada de Inconel 625 obtida pelo processo de soldagem por fusão a arco elétrico com o uso de eletrodo revestido (ENiCrMo-3) quanto à morfologia estrutural, à dureza e à resistência à corrosão.

Para este estudo, os seguintes objetivos específicos deverão ser atingidos:

- Caracterizar a microestrutura apresentada em cada região da junta soldada (metal base, zona afetado pelo calor e metal de solda);
- Caracterizar os precipitados encontrados em cada região da junta soldada (metal base, zona afetado pelo calor e metal de solda);
- Avaliar o comportamento eletroquímico da junta soldada (metal base e metal de solda) por curvas de polarização potenciostática em ambientes próximos aos ambientes de possíveis aplicações:
  - Solução de 3,5% NaCl;
  - Solução de 3,5% NaCl + 0,01M Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e
  - Solução de 3,5% NaCl + 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.
- Determinar o potencial de pite ( $E_{\text{pite}}$ ) da junta soldada (metal base e metal de solda) pelo método polarização potenciostática segundo a norma ASTM G61-86;
- Avaliar a resistência à corrosão por pites da junta soldada (metal base e metal de solda) por teste de imersão segundo a norma ASTM G48-03;
- Avaliar a resistência à corrosão localizada da junta soldada (metal base e metal de solda) pelo método eletroquímico de reativação potenciostática de varredura cíclica;
- Avaliar o comportamento eletroquímico da junta soldada (metal base e metal de solda) por polarização potenciostática cíclica.

### 3.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Superligas de Níquel

As superligas são ligas não-ferrosas que exibem uma combinação de resistência mecânica e resistência à oxidação em uma ampla faixa de temperatura, além de elevada resistência à ruptura em altas temperaturas. Essas ligas apresentam uma notável característica de suportar elevados esforços mesmo em temperaturas próximas as de fusão (80% da sua temperatura de fusão), uma porcentagem que é maior do que qualquer outra classe de ligas de engenharia [1].

Existem três grandes famílias de superligas: a base de níquel, a base de níquel-ferro e a base de cobalto.

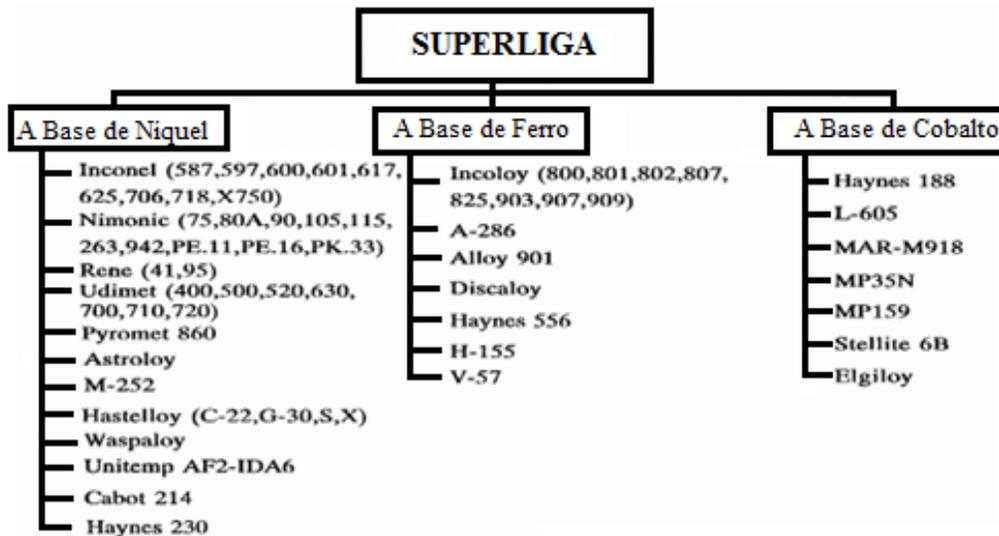


Figura 1. Famílias das superligas.

Fonte: Modificado de Choudhury [2].

As superligas de níquel apresentam majoritariamente o elemento níquel em sua composição química. Essas ligas são as mais interessantes de todas as superligas, já que são complexas e amplamente utilizadas em componentes que exigem maior resistência ao calor. A principal característica das ligas a base de níquel é a alta estabilidade da matriz cúbica de face centrada (CFC) de níquel e a capacidade de ter a resistência mecânica aumentada por diversas maneiras [1]. Além disso, a estabilidade da superfície de níquel é facilmente melhorada por

elementos de liga como cromo e/ou alumínio. A composição química e a microestrutura das várias classes de superligas de níquel é o que determina o comportamento mecânico dessas ligas [1].

### 3.1.1 Histórico

O desenvolvimento das chamadas superligas de níquel começou nos Estados Unidos da América por volta de 1930, porém ao longo dos anos elas tornaram-se mais utilizadas [3]. No final da década de 80 e no começo dos anos 90, houve um grande número de pesquisas sobre superligas de níquel devido à aplicação dessas ligas nas indústrias de produção de energia nuclear em reatores de fissão, como, por exemplo, nos elementos combustíveis em paredes de recipientes a vácuo, devido à sua alta resistência mecânica e a temperatura e baixa condutividade térmica. Essas ligas também eram requisitadas nessa área industrial devido a suas propriedades mecânicas associadas à alta resistência à corrosão em elevadas temperaturas [4]–[6]. Entretanto, com a queda na produção de energia nuclear (como mostra a Figura 2), possivelmente devido ao acidente ocorrido em 1986 na cidade ucraniana de Chernobyl [7], somada ao surgimento de novas ligas e de materiais que substituiriam a superliga de níquel, que tem um elevado custo, o uso do Inconel diminuiu nesse setor, reduzindo, conseqüentemente, as pesquisas científicas nessa liga, como mostra a Figura 3.

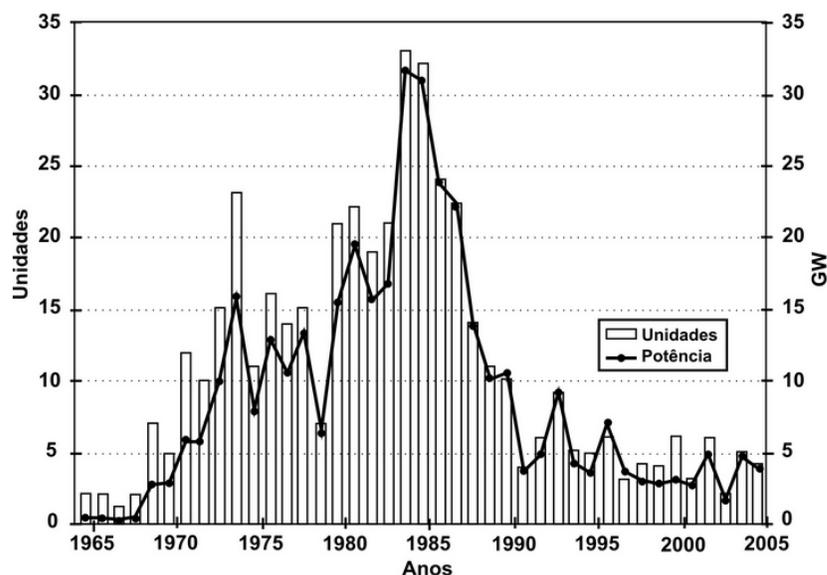


Figura 2. Energia Nuclear no Mundo: Parque Instalado de Geração Nuclear.

Fonte: [www.ecen.com](http://www.ecen.com), visitado em 19/03/2018.

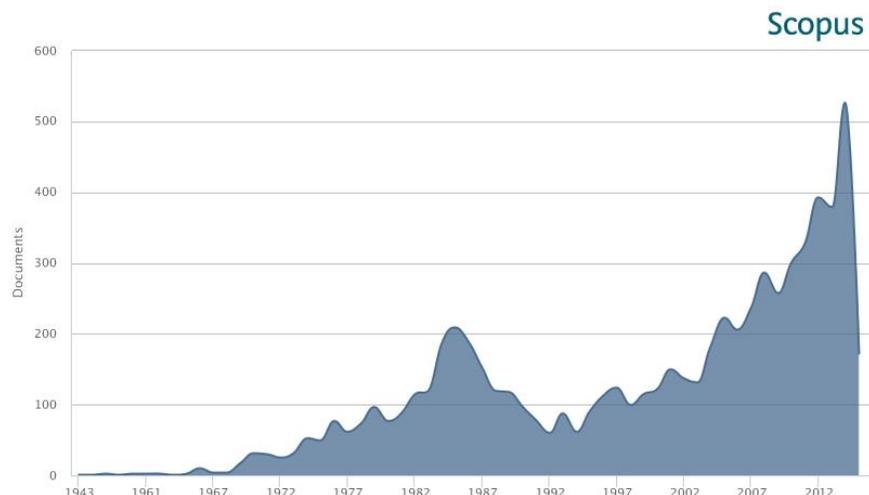


Figura 3. Produção científica sobre superligas de níquel.

Fonte: Scopus, pesquisado em 24/06/2015 [8].

Como pode ser visto na Figura 3, a superliga de níquel voltou a ser o foco de mais publicações nos anos 2000. Juntamente a isso, podemos associar à aplicação dessas ligas como revestimentos em tubulações na indústria do petróleo e gás, com o objetivo de aumentar a resistência do tubo original contra a corrosão, prolongando e aumentando a vida útil de equipamentos e de dutos nas indústrias petrolíferas. Esses revestimentos a base de superligas de níquel podem ser empregados pelo processo de cladeamento e pelo processo de aspersão térmica.

O processo de cladeamento consiste em obter um revestimento de alta resistência à corrosão e/ou ao desgaste sobre um substrato metálico que não apresenta tais características. Esse processo pode ser realizados de diversas maneiras, como soldar duas chapas, laminar duas chapas juntas a quente; ou ainda, por deposição de cordões de solda de uma liga com alta resistência contra corrosão ou desgaste sobre o material a ser protegido, os aços ao carbono em geral [9]–[16]. O objetivo dessa técnica, então, é obter um material com características superficiais parecidas com as de uma superliga com um custo razoável, se comparada com componentes completamente produzidos somente de superliga [17]. A Figura 4 ilustra o processo de cladeamento em uma tubulação de aço ao carbono. Cabe ressaltar que esse processo pode ser aplicado tanto internamente (caso da Figura 4), quanto externamente, de acordo com as condições de operação.

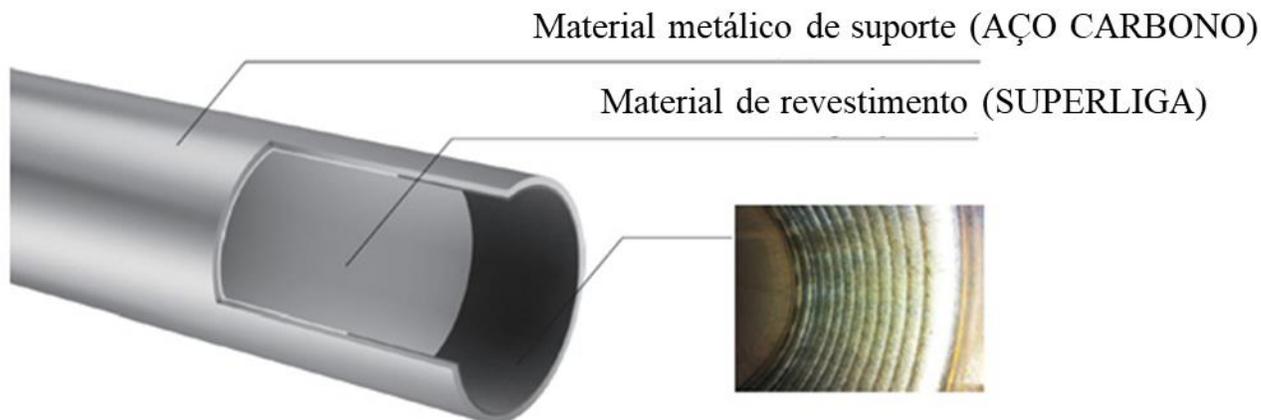


Figura 4. Revestimento de superliga sobre aço carbono. Tubo cladeado para indústria do petróleo e gás.

Fonte: Adaptado de [www.ltdpipeline.com](http://www.ltdpipeline.com), visitado em 20/03/2018.

O processo de aspersão térmica visa obter um revestimento denso que melhore as propriedades de resistência ao desgaste e/ou à corrosão de certos componentes. Essa técnica consiste em depositar camadas de materiais metálicos, ou não metálicos, pelo jateamento de material previamente pulverizado. O pó metálico, do material a ser depositado, é alimentado em uma pistola. Uma fonte de calor projeta esse pó sobre a superfície que receberá a cobertura, de modo que o revestimento fica aderido na superfície. Um revestimento protetor, então, é obtido. O componente que recebeu a camada aspergida terá características superficiais parecidas com as características do material depositado [18]. Estudos recentes [19] mostram que esse processo vem sendo estudado para obter uma fina camada aspergida de superliga Inconel 625 sobre aços carbono utilizados nas indústrias petrolíferas. A Figura 5 ilustra o processo de aspersão térmica tipo HVOF (*high-velocity oxygen-fuel*) em um componente.

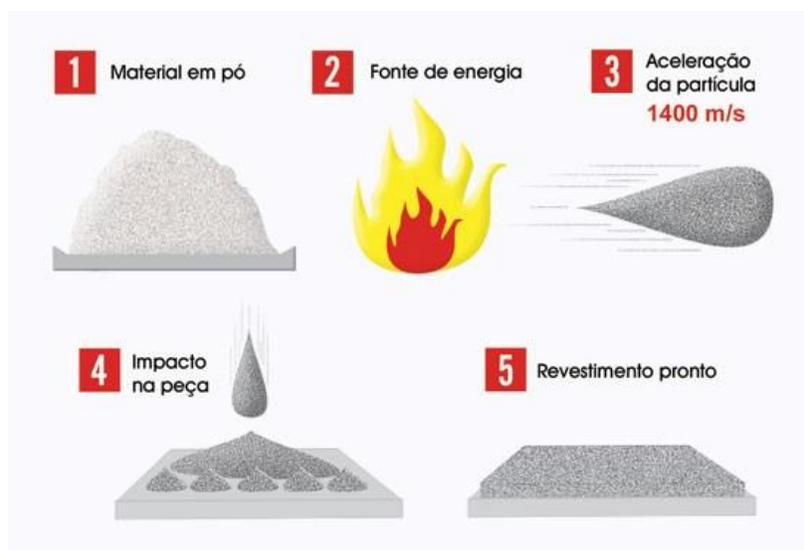


Figura 5. Esquema do processo de aspersão térmica tipo HVOF.

Fonte: <http://www.rijeza.com.br>, visitado em 19/03/2018.

Por ser uma liga de alto valor agregado, sua aplicação é nobre, como em turbinas de jatos de aviação, por exemplo, e as pesquisas com esse material se dão principalmente em países desenvolvidos, como nos Estados Unidos da América (EUA), consoante observado na Figura 6. Entretanto, países em desenvolvimento também realizam pesquisas sobre Inconel, demonstrando que há grandes possibilidades de pesquisas com esse material.

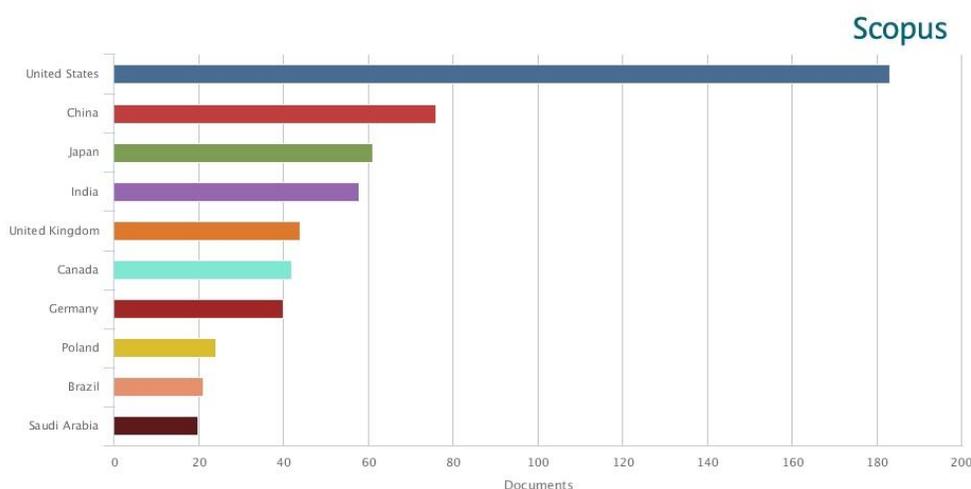


Figura 6. Distribuição gráfica da produção científica sobre superliga de níquel.

Fonte: Scopus, pesquisado em 24/06/2015 [8].

### 3.1.2 Aplicações

As superligas de níquel apresentam uma boa combinação de resistência à corrosão e à oxidação, resistência mecânica, resistência à fadiga e à fluência, além de conseguirem operar em temperaturas elevadas (próximas a temperaturas de fusão), mantendo, parcialmente, tais propriedades. Essas ligas são utilizadas em ambientes que requerem componentes resistentes ao calor e/ou à corrosão. Portanto, são amplamente aplicadas nas indústrias nucleares, de criogenia, petrolíferas, petroquímicas, marítimas e aeroespaciais [20]–[23], entre outras aplicações, como [1]:

- Turbina de aeronaves: discos, câmaras de combustão, parafusos, carcaças, eixos, sistemas de exaustão, capas, lâminas, pás, reversores;
- Usinas de turbinas a vapor: parafusos, lâminas, aquecedores a gás;
- Motores de movimento: turbo-compressores, válvulas de exaustão, conexões a quente, válvulas de assento;
- Metal de processamento: ferramentas para trabalhos a quente;
- Aplicações biomédicas: materiais de uso odontológico, dispositivos próteses;
- Veículos espaciais: cobertura contra calor na aerodinâmica, partes de foguetes
- Equipamentos para tratamentos térmicos: recipientes, luminárias, cinta de conversor, partes de forno mufla e de sistema de ventilação;
- Plantas de energia nuclear: mecanismos de controle de gotejamento, válvulas, molas, dutos;
- Indústrias químicas e petroquímicas: parafusos, válvulas, vasos de reação, tubulações, dutos;
- Equipamento de controle de poluição: lavadores;
- Metais de processamento siderúrgico: fornos, equipamentos de pós-combustão, exaustores e
- Sistemas de gaseificação: trocadores de calor, reaquecedores, dutos.

Em trabalho recente [24], os autores estudaram o recobrimento por cladeamento de Inconel 625 sobre aço API 5CT por deposição a Laser, reforçando a tendência de usar essas ligas como revestimentos em tubulações na indústria do petróleo e gás.

### 3.1.3 Classificação

As superligas de níquel são austeníticas e apresentam elevado teor de cromo e outros elementos ligantes em sua composição química, como: cobalto, ferro, molibdênio, tungstênio, nióbio.

Molibdênio, nióbio e tungstênio são exemplos de elementos encontrados nas superligas a base de níquel para conferir às ligas alta resistência mecânica por solução sólida e por precipitação de intermetálicos e carbonetos. O cromo e o alumínio são necessários por serem formadores de filmes passivos ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). A adição de elementos deletérios como silício, fósforo, oxigênio e nitrogênio devem ser controlados na confecção dessas superligas. Outros elementos, como selênio, bismuto e o chumbo, por exemplo, devem estar em concentrações extremamente baixas, na ordem de ppm [1].

Inconel	Elemento (% massa)														
	Ni	Cr	Fe	Mo	Nb	Co	Mn	Cu	Al	Ti	Si	C	S	P	B
<b>600</b>	72	14,0-17,0	6,0-10,0	-	-	-	1	0,5	-	-	0,5	0,15	0,015	-	-
<b>601</b>	58,0 - 63,0	21,0 - 25,0	balanço	-	-	-	1,0 máx	1,0 máx	1,0 - 1,7	-	0,5 máx,	0,1 máx,	0,015 máx,	-	-
<b>617</b>	44,2-56,0	20,0-24,0	3	8,0-10,0	-	10,0-15,0	0,5	0,5	0,8-1,5	0,6	0,5	0,15	0,015	0,015	0,006
<b>625</b>	58	20,0-23,0	5	8,0-10,0	3,15-4,15	1	0,5	-	0,4	0,4	0,5	0,1	0,015	0,015	-
<b>690</b>	59,5	30	9,2	-	-	-	0,35	0,01	0,02	-	0,35	0,019	0,003	-	-
<b>718</b>	50,0-55,0	17,0-21,0	balanço	2,8-3,3	4,75-5,5	1	0,35	0,2-0,8	0,65-1,15	0,3	0,35	0,08	0,015	0,015	0,006
<b>800</b>	32,5	21,0	46,0	-	-	-	0,8 máx.	0,4	0,4	0,4	0,008 máx.	0,1 máx.	-	-	-
<b>X-750</b>	70	14,0-17,0	5,0-9,0	-	0,7-1,2	1	1	0,5	0,4-1,0	2,25-2,75	0,5	0,08	0,01	-	-

Tabela 1. Composição química de alguns tipos de Inconel. Cabe salientar que os valores mostrados nessa tabela são os máximos permitidos.

Fonte: Special metals [23].

### 3.2 Superliga de Níquel: Inconel 625

Herbert Louis Eiselstein e John Gadbut, em 1962, desenvolveram a superliga de níquel UNS N06625, denominada também como Inconel 625. A liga tem uma matriz endurecida por solução sólida à base de níquel-cromo e precipitados. Apresenta boa combinação de resistência mecânica e resistência à corrosão em elevadas temperaturas [25].

#### 3.2.1 Aspectos Gerais

A superliga de níquel do tipo 625, constituída principalmente por níquel (Ni), cromo (Cr) molibdênio (Mo) e nióbio (Nb), é utilizada pela sua alta resistência mecânica, boa resistência à corrosão e excelente processamento e soldabilidade, além da alta gama de aplicação em elevadas temperaturas.

A adição dos elementos de liga Molibdênio (Mo) e Nióbio (Nb) proporcionam à superliga 625 propriedades diferenciadas em relação à corrosão e à soldagem.

#### 3.2.2 Metalurgia Física

Inconel 625 é uma liga austenítica, visto que contém grande quantidade de elementos estabilizadores da fase austenita (níquel) e apresenta uma estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC), estando o molibdênio e o nióbio em solução sólida substitucional na matriz níquel-cromo [23], [26]. Já o endurecimento por precipitação se dá devido à formação da fase metaestável  $\gamma''$ -Ni<sub>3</sub>Nb depois de exposta a temperatura elevada, além de vários carbonetos incluindo MC, M<sub>6</sub>C e M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, que também podem precipitar durante o aquecimento [21].

#### 3.2.3 Resistência à Corrosão

A composição química da superliga de níquel Inconel 625 garante uma excelente resistência à corrosão mesmo em ambientes agressivos, como, por exemplo, contendo altas concentrações de cloreto e sulfeto.

O mecanismo de proteção contra corrosão dessas ligas é semelhante aos dos aços inoxidáveis: formação de um filme passivo de óxido de cromo na superfície da liga. Além disso, essa liga contém majoritariamente, em sua composição, níquel, que é intrinsecamente resistente contra corrosão. A presença de molibdênio (Mo) confere às superligas melhores desempenhos na corrosão localizada tipo pite e tipo fresta [15].

### 3.2.4 Soldabilidade

Realizar o processo de soldagem em materiais altamente ligados é sempre uma preocupação, já que o calor proveniente do processo será força motriz para a difusão dos elementos químicos ligantes, podendo haver alteração nas propriedades mecânicas e/ou na resistência à corrosão.

A adição do nióbio (Nb), como elemento de liga, proporciona ao Inconel 625 uma excelente soldabilidade e evita posteriores tratamentos térmicos. O Nb tende a formar precipitados mais espontaneamente que elementos como o Cromo (Cr). Assim, o Cr fica em solução sólida e não ocorre corrosão localizada pelo empobrecimento de Cr (sensitização) [20]. A adição de elementos mais ativos, para formação de precipitados (carbonetos) estáveis, também é observada em aços inoxidáveis estabilizados, os quais apresentam os elementos Ti, Nb e Ta, reduzindo a suscetibilidade a sensitização quando expostos a elevadas temperaturas [27], [28].

### 3.3 Corrosão

A corrosão é um processo de deterioração de um material metálico por ação química ou eletroquímica do meio ambiente, aliada ou não a esforços mecânicos. Esse processo causa prejuízos indesejáveis ao material, como desgaste, variação química ou modificações estruturais. A corrosão se manifesta por meio de reações químicas irreversíveis, acompanhadas da dissolução de elementos químicos do material para o meio corrosivo ou da dissolução de espécies químicas do material [29], [30].

O processo de corrosão pode ocorrer de diversas formas em diferentes materiais. Quanto à morfologia, pode ser dividida em dois grandes tipos: uniforme ou localizada.

#### 3.3.1 Corrosão Uniforme

Corrosão uniforme (ou generalizada) é o processo de deterioração no qual há perda uniforme de espessura, já que as reações químicas de oxidação do metal (metal como redutor, cedendo elétrons) ocorrem em toda extensão da superfície [29].

As superligas a base de níquel, assim como os aços inoxidáveis, apresentam excelente resistência à corrosão uniforme, devido ao seu mecanismo de proteção contra a corrosão (filme passivo de óxido de cromo e matriz de níquel que é intrinsecamente resistente à corrosão).

### 3.3.2 Corrosão Localizada

Diferentemente da corrosão uniforme, a corrosão localizada ocorre em regiões específicas da superfície do material, ou seja, em pequenas áreas de uma superfície metálica. Essa deterioração pode ocorrer de forma generalizada, ocorrendo por toda extensão da superfície.

A corrosão localizada acontece quando duas ou mais partes de uma superfície apresentam potenciais eletroquímicos diferentes, podendo gerar uma pilha eletroquímica com dissolução metálica em uma pequena região bem específica. Nesse tipo de corrosão é possível distinguir microscopicamente as regiões anódicas das catódicas. Esse tipo de corrosão pode ser gerada pela heterogeneidade do material ou da superfície ou, ainda, pode ser provocada pelo meio corrosivo em contato [30].

As principais formas de corrosão localizada são as seguintes: corrosão galvânica, corrosão em frestas, corrosão por pilha térmica, corrosão por pites, corrosão transgranular, corrosão filiforme e corrosão intergranular.

#### 3.3.2.1 Corrosão Intergranular

A corrosão intergranular é um dos tipos de corrosão mais perigosos que existe, pois ela ocorre em uma região pequena e muito específica, podendo se propagar ao longo dos contornos de grãos e causar fissuras profundas, as quais podem se estender ao longo de todo o componente, alterando significativamente as propriedades mecânicas do material.

Os metais de modo geral apresentam defeitos em sua rede cristalina e heterogeneidades químicas como impurezas, precipitados, inclusões, que podem gerar potencial e atacar o material na região do grãos ou nos seus contornos. O ataque intergranular, que é quase sempre acompanhado de um ataque transgranular, ocorre nos pontos de menor potencial e a frente de corrosão se desloca por meio dos defeitos. Os mecanismos responsáveis por esse tipo de ataque ainda vêm sendo estudados, mas se sabe que, uma vez iniciado o processo de ataque, cria-se condições favoráveis à sua propagação [30].

Alguns materiais são mais susceptíveis à corrosão intergranular do que outros. As ligas de alumínio e os aços inoxidáveis austeníticos e ferríticos são exemplos desses materiais. Entretanto, os seus mecanismos de corrosão são diferentes. Nas ligas de alumínio, o processo de ataque ocorre devido à precipitação de cobre em excesso nos contornos de grão, produzindo heterogeneidades na liga [31]. Nem sempre é o cobre que precipita, depende da liga. Mas a ocorrência é a mesma basta precipitar um elemento no qual gere heterogeneidade na liga. Já os aços inoxidáveis ficam susceptíveis a corrosão intergranular ao ocorrer precipitação de carbonetos de ferro e cromo  $(Cr, Fe)_{23}C_6$ , preferencialmente nos contornos de grãos, gerando uma região de empobrecimento de cromo (Cr) na periferia dos grãos, deixando o Cr de estar em solução sólida e, conseqüentemente, não formando óxido de cromo que protege contra corrosão [32].

A susceptibilidade de aços inoxidáveis está vinculada a difusão e supersaturação de cromo e carbono na rede cristalina. A série ferrítica apresenta menor sensibilidade à corrosão intergranular do que a série austenítica, já que o coeficiente de difusão do carbono e do cromo são maiores na ferrita do que na austenita. Logo, os constituintes dos aços inoxidáveis ferríticos que se formam em 540 e 600 °C podem se dissolver a cerca de 800 °C, homogeneizando a rede cristalina e evitando a corrosão intergranular; o que não é observado para os austeníticos que formam constituintes entre 450 e 900 °C [33].

Nas ligas que contêm cromo, pode ocorrer a difusão desse para os contornos de grão, deixando a periferia do grão empobrecida de Cr, suscetibilizando à corrosão intergranular. Portanto, é fundamental manter o controle de temperatura e o tempo em que permanecerá em tal condição, a fim de evitar o processo de sensibilização.

A ocorrência de sensibilização à corrosão intergranular é limitada por duas condições: a inferior, pela temperatura em que há difusão e formação de carbonetos de Cr; e a superior, pela solubilização dos carbonetos solúveis. Nas operações de soldagem, devido ao gradiente de temperatura, o fenômeno de precipitação nos contornos de grão é bastante presente, podendo ocasionar corrosão no próprio cordão de solda ou na região em torno dele.

Novas técnicas e novos materiais surgem para evitar corrosão intergranular em componentes que podem apresentar tal tipo de corrosão localizada. Em ligas ferrosas que contêm carbono, duas possíveis soluções seriam o tratamento térmico de solubilização ou a diminuição

do teor de carbono (teor menor que 0,03%). Entretanto, a solução mais adequada é a adição de elementos de liga que são mais reativos que o cromo, como titânio (Ti), tântalo (Ta), molibdênio (Mo) e nióbio (Nb). Esses materiais são chamados de aços inoxidáveis estabilizados [27], [28], [34], [35].

### 3.3.2.2 Corrosão por Pites

A corrosão por pites (também conhecida como corrosão puntiforme) é uma forma de corrosão localizada, que consiste na formação de cavidades de pequena extensão e razoável profundidade, ocasionada pelo ataque de íons agressivos do eletrólito a superfícies passivadas. Tais cavidades apresentam angulosidade em seu fundo e diversas formas de aparecimento, sendo difícil de caracterizá-las quanto à morfologia.

O mecanismo de corrosão por pites acontece pela formação de uma pilha de corrosão que se forma entre a superfície externa passiva e catódica e o interior da cavidade ativo e anódica, devido à presença de oxigênio e de íons agressivos (principalmente  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{I}^-$ ). A velocidade de corrosão local torna-se elevada devido à relação de superfície ânodo/cátodo ser pequena, e, conseqüentemente, as cavidades se tornam rapidamente profundas, mesmo se a quantidade total de metal dissolvido for pequena [30], [36].

O potencial de pite pode ser influenciado por vários fatores, como composição química, microestrutura e estado superficial do material, composição do eletrólito, temperatura e condições de convecção [30], [37], [38].

A composição química é um dos fatores importantes que influenciam as propriedades dos filmes passivos. Com a adição de elementos de liga com elevado potencial de pite, pode-se aumentar o potencial de pite das ligas. Os elementos cromo (Cr), molibdênio (Mo), níquel (Ni) e nitrogênio (N) são exemplos desses ligantes [30], [36], [39], [40]. O cromo forma uma fina camada de óxido de cromo ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) aderente, que funciona como barreira contra a corrosão, protegendo o material de forma local e generalizada. A adição de molibdênio, mesmo em pequenas quantidades, pode aumentar consideravelmente a resistência à corrosão por pites em aços inoxidáveis, em aços duplex e em superligas [15], [40], [41], pois ele atua na formação do filme passivo; no entanto, pouco ainda se sabe por qual mecanismo isso acontece.

Lloyd et al. [42] relataram a presença de NiO, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e MoO<sub>3</sub> no filme passivo formado sobre a superliga de níquel 625, indo ao encontro dos resultados obtidos por Yin et al. [15], que mostra a excelente resistência à corrosão por pites quando comparadas a outras superligas de níquel em meio contendo NaCl com solução saturada de CO<sub>2</sub> a 80 °C.

A influência da microestrutura na resistência à corrosão por pites é um dos fatores importantes a ser levado em consideração [39]. Fases intermetálicas, inclusões não metálicas, limites de grãos, microporos ou defeitos no filme podem atuar como iniciadores locais para a quebra do filme passivo[43]. A presença de defeitos (como microsegregações, por exemplo) na superfície do material pode causar a formação local de filme menos resistente durante a passivação, sendo uma pequena e específica região no qual os íons agressivos tendem a atacar, preferencialmente, nucleando pites. Além da possibilidade de formação de micropilhas da matriz com os precipitados ou inclusões existentes [30].

Uma microestrutura dendrítica bruta de solidificação pode apresentar diversos defeitos que podem nuclear pites e diminuir, conseqüentemente, o potencial de pite [14]. Na soldagem, devido à energia de soldagem para a realização da solda podem ocorrer algumas modificações na microestrutura e nas propriedades do material [44]. Portanto, é fundamental manter o controle dos parâmetros de soldagem e, na medida do possível, evitar uma microestrutura heterogênea (presença de microsegregações, inclusões, precipitados não metálicos).

A temperatura do eletrólito é inversamente proporcional ao potencial de pite para um dado material, ou seja, quanto maior é a temperatura da solução, menor é o potencial de pite [37], [45]. Autores [46], [47] relatam a ocorrência de pites nas superligas de níquel Inconel 625 somente em altas temperaturas (350 °C e 450 °C), devido ao tipo de ensaio e o eletrólito usados por eles. Portanto, pode-se indagar que o potencial de pite é tipicamente elevado.

O rompimento do filme protetor sobre a superfície do metal acontece pela ação de íons cloretos (ou outros) que atuam na superfície quebrando a película protetora. Não somente a concentração dos íons considerados agressivos, mas também a presença de íons menos agressivos (OH<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>-</sup>), influenciam no potencial de pite. Logo, o potencial de pite é dependente da concentração da solução que está em contato com metal [30], [36], [48].

### 3.3.2.3 Corrosão em Frestas

Uma peça metálica, ao ficar em contato com eletrólito estagnado, forma uma pilha de aeração diferencial, gerando um tipo de corrosão conhecida como corrosão em frestas (também chamada de corrosão cavernosa). Essa corrosão é comumente encontrada em condições em que há frestas, interstícios, fendas e lugares de difícil acesso ao eletrólito.

A corrosão em frestas manifesta-se principalmente em materiais passivos ou passiváveis e em contato com eletrólito que contenha cloreto. A solução se enriquece em produtos de corrosão e o seu pH diminui rapidamente, chegando ao pH de despassivação, ocorrendo a corrosão. Em um interstício, a parte anódica é o interior, já que há falta de oxigênio, enquanto o resto da superfície torna-se catódica, onde ocorre a redução de oxigênio. Cabe salientar que a velocidade de corrosão é proporcional à relação de superfície catódica/anódica [30].

Para evitar corrosão em frestas, é fundamental o projeto do componente, pois previne áreas de eletrólito não renovado, assim como a não utilização de soluções com pH baixo. Sendo inevitáveis tais particularidades, a adição de elementos de liga em aços inoxidáveis como molibdênio (Mo) pode aumentar a resistência à corrosão em frestas [49].

As superligas a base de níquel apresentam excelente resistência à corrosão em fresta em temperatura ambiente. A resistência a esse tipo de corrosão é influenciada tanto pelo pH como pela concentração de íons cloreto em solução [50], [51].

Mulford [51], estudou o comportamento da corrosão em fresta nas superligas a base de níquel com soluções contendo cloreto e tiosulfato de sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) em meios neutros e concluiu, dentre outras, que a resistência à corrosão em fresta diminui com o aumento da temperatura e com a presença de tiosulfato. O autor propõe que a presença do enxofre pode afetar a dissolução e a passivação do níquel e pode promover, sinergicamente com íons cloretos, a quebra do filme passivo, mesmo em soluções neutras. Ele também mostra que tais resultados são observados em temperaturas de 80 °C, já em 20 °C a influencia de tiosulfato não é observada.

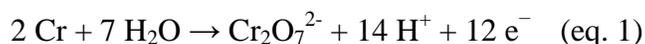
Mulford [51] destaca ainda que a superliga de níquel da família 625 é mais resistente à corrosão em fresta do que a da família 600 e associa isso a maior quantidade do elemento



Em soluções ácidas, o cromo tende a decompor a água e se dissolver como íons  $\text{Cr}^{2+}$  (estado ativo), como pode ser observado no lado esquerdo da Figura 7; ou ainda em potenciais elevados, formando íons  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ . Em soluções neutras ou levemente alcalinas, uma camada de óxido ou hidróxido de cromo tende a se formar sobre a superfície do cromo (estado passivo). O estado ativo pode ser produzido pelo contato do metal com soluções redutoras ( $\text{HCl}$  ou  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) ou por polarização catódica. O estado passivo, por outro lado, pode ser produzido pelo contato com soluções oxidantes ou por polarização anódica [52].

O fenômeno observado durante uma polarização eletroquímica ilustra particularmente bem a passagem do estado passivo para o ativo e vice-versa. Em uma varredura potenciodinâmica utilizando uma solução de pH neutro, ao ingressar na região anódica, o material entra em uma região de passivação, pois forma  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , como pode ser visto na Figura 7. Elevando para potenciais mais positivos, o cromo oxidará (Equação 1) para produzir o íon solúvel de  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ . Essa reação produz elétrons (Equação 1) e, portanto, há um aumento abrupto na densidade de corrente. Este fenômeno é conhecido por dissolução transpassiva.

Equação 1. Oxidação do cromo.



Em potenciais mais elevados ocorre reação de oxidação da água, conforme Equação 2. O potencial, no qual ocorre essa reação de oxidação é chamado de potencial de evolução de oxigênio, já que um dos produtos é o oxigênio gasoso (Equação 2).

Equação 2. Reação de liberação de oxigênio



### 3.4 Soldagem

Na fabricação de peças metálicas, o processo de união de componentes é praticamente indispensável, já que a confecção de peças grandes e/ou de alta complexidade não é trivial. A união de metais ocorre por diversas maneiras distintas, podendo ser divididas em duas grandes categorias diferentes [54]:

- Baseado em forças mecânicas macroscópicas: parafusagem, rebitagem, por exemplo. A resistência da junta é dada pela resistência ao cisalhamento do parafuso ou rebite mais as forças de atrito entre as superfícies em contato e
- Baseado em forças microscópicas (interatômicas ou intermoleculares): soldagem, brasagem, colagem, por exemplo. A união é conseguida pela aproximação dos átomos e moléculas das partes a serem unidas até distâncias suficientemente pequenas para a formação de ligações químicas primárias (metálica, covalente ou iônica) ou secundárias (ligação de Van der Waals).

Existem diferentes definições para soldagem. Segundo Modenesi [54], soldagem é o processo de junção de metais com ou sem fusão, ou ainda é a operação que visa obter a união de duas ou mais peças, assegurando, na junta soldada, a continuidade de propriedades físicas, químicas e metalúrgicas. Já Brandi [55] define soldagem como sendo o processo de união entre duas partes metálicas, usando uma fonte de calor, com ou sem aplicação de pressão, tendo a solda como resultado desse processo. A AWS (*American Welding Society*) [56] faz uma definição mais operacional: operação que visa obter a coalescência localizada, produzida pelo aquecimento até uma temperatura adequada, com ou sem a aplicação de pressão e de metal de adição.

De fato, soldagem é o processo de união de peças metálicas mais utilizado na indústria. Entretanto, devido à energia de soldagem para a realização da solda, podem ocorrer algumas modificações na microestrutura e propriedades do material soldado, principalmente quando se solda materiais com altas concentrações de elementos de liga, já que podem ocorrer transformações microestruturais, formação de precipitados, segregação de impurezas, entre outras alterações. Por isso, muitos autores [12]–[14], [57]–[61] vêm estudando a influência de técnicas de soldagem nos materiais no que diz respeito a alterações nas propriedades mecânicas e eletroquímicas de superligas.

### 3.4.1 Fundamentos de Soldagem

Uma peça metálica é formada por um grande número de átomos dispostos em um arranjo espacial característico. A união entre dois metais aconteceria naturalmente se as superfícies estivessem em contato e seus átomos suficientemente próximos ao ponto que resultasse uma atração entre os átomos dos corpos distintos. Isso reduziria a energia potencial do sistema, já que na superfície do sólido os átomos estão ligados a um número menor de vizinhos, possuindo, portanto, uma maior energia do que os átomos no seu interior [54], [62]. Havendo interação entre os átomos das superfícies, há a formação de uma ligação permanente, ou seja, há uma união entre duas peças metálicas. Entretanto essa teoria somente é aplicável em circunstâncias muito específicas de superfície perfeitamente plana a nível atômico e livre de camada de óxido,.

Os autores [54], [62] também relatam que tais barreiras podem ser contornadas utilizando o processo de soldagem por pressão, que se baseia na aplicação de uma elevada pressão de tal forma que a rugosidade superficial se deforma plasticamente até que exista íntimo contato; ou o processo de soldagem por fusão, que baseia-se na formação de uma “poça (de fusão)” oriunda da aplicação localizada de calor na região de união para a sua fusão e do metal de adição (quando este for utilizado), produzindo a ligação pela solidificação do metal fundido. A Figura 8 ilustra os dois grandes grupos de processos de soldagem, sendo possível perceber que na soldagem com pressão (Figura 8 a)) pode haver regiões em que o óxido permaneça na interface, prejudicando a qualidade da junta soldada.

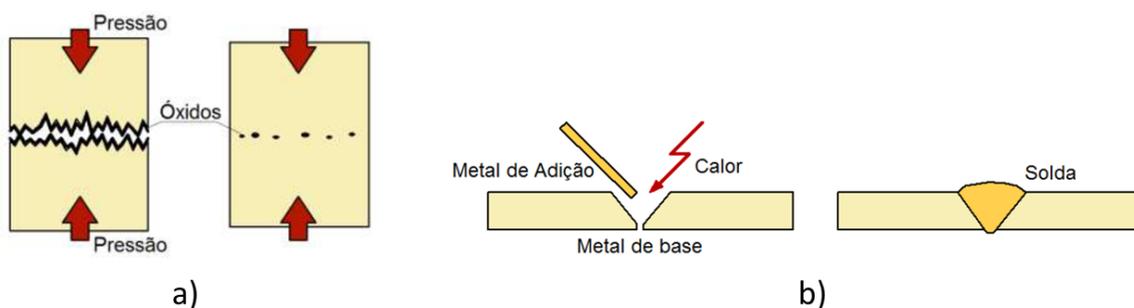


Figura 8. Ilustração teórica dos processos de soldagem. a) soldagem por pressão e b) soldagem por fusão.

Fonte: Modenesi [54].

### 3.4.2 Classificação dos Processos de Soldagem

Existem dois grandes grupos de processos de soldagem (por fusão e por pressão), como já foi comentado anteriormente, e cada um apresenta variáveis técnicas como de fonte de energia para a união. A Figura 9 apresenta uma classificação ilustrativa do agrupamento dos processos de acordo com o tipo de fonte de energia usada para unir peças metálicas. A soldagem realizada por fusão é mais utilizada do que a soldagem por pressão, tendo mais subdivisões em termos de processos, como por ser visto pela Figura 9.

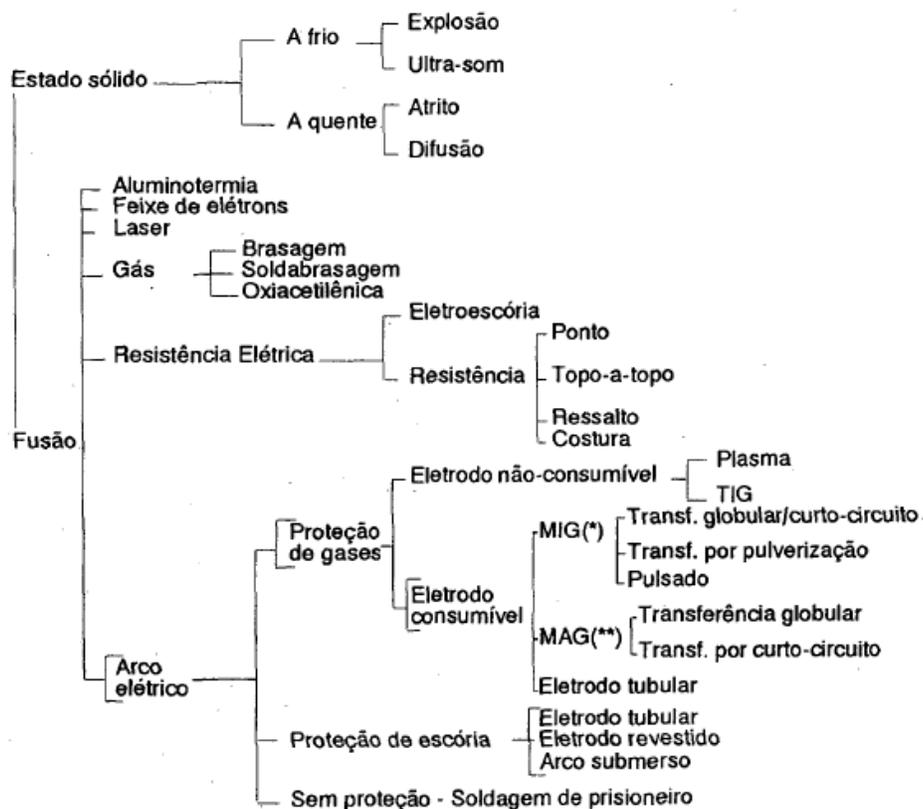


Figura 9. Esquema dos tipos de soldagem.

Fonte: Wainer [55].

Independente do processo utilizado para a união de dois metais, ele deve preencher alguns principais requisitos [55], [62]:

- O fornecimento de energia deve ser suficiente para unir dois metais;

- Remover contaminações na superfície dos metais a serem unidos;
- Evitar contaminação do ar atmosférico e
- Controle dos mecanismos e fenômenos envolvidos, como transformação de fase e imperfeições físicas, químicas e/ou mecânicas.

### 3.4.3 Soldagem por Fusão a Arco Elétrico com Eletrodo Revestido

A soldagem por fusão a arco elétrico com o uso de eletrodo revestido (ER) (*Shielded Metal Arc Welding - SMAW*) é um processo no qual a união entre as peças metálicas acontece devido ao aquecimento dessas por meio de um arco elétrico estabelecido entre um eletrodo revestido e a peça [54], [62]. O calor gerado com a descarga elétrica é suficiente para que haja a fusão do eletrodo revestido e, em parte, da peça metálica, produzindo, assim, uma poça líquida do ER diluído com o metal base. Em seguida, essa poça líquida se solidifica e une às peças metálicas, originando o que é chamado de metal de solda.

Os equipamentos necessários à aplicação desse processo de soldagem são simples e o processo é manual, o que possibilitou uma grande expansão da soldagem como técnica de união de forma produtiva e de alta qualidade. Para o processo, são necessários porta-eletrodo, cabos e fonte de energia (corrente contínua (CC) ou alternada (CA)) [54], [62].

Esse processo de soldagem é extremamente versátil em termos de materiais soldáveis e aplicabilidade, podendo ser utilizado em linhas de produção, de manutenção e de montagens em campo; em aços carbono baixa e alta liga; em ferro fundido; e em ligas de alumínio e de níquel. Para a realização da solda, o equipamento necessário é simples, portátil e barato, não necessita de fluxos ou gases externos (pouco sensível à presença de correntes de ar) e apresenta facilidade para atingir áreas de acesso restrito. No entanto, apresenta desvantagens, como difícil aplicação em materiais reativos, baixa produtividade (não automatizado) e exige limpeza após cada passe de soldagem [52].

### 3.5 Eletrodo ENiCrMo-3

O eletrodo revestido, também chamado de consumível, consiste de um núcleo metálico ("alma"), revestido por uma camada de minerais e/ou outros materiais (revestimento). A alma do eletrodo conduz a corrente elétrica e serve como metal de adição. O revestimento gera escória e

gases que protegem da atmosfera a região que está sendo soldada e estabilizam o arco elétrico. O revestimento pode ainda conter elementos que são incorporados à solda, influenciando sua composição química e características metalúrgicas [62].

O eletrodo revestido para soldagem por fusão a arco elétrico deve ser escolhido com base no material a ser unido, parâmetros de soldagem, condições de soldagem, além do processo a ser utilizado. Assim como os processos, os consumíveis também evoluíram, ampliando a utilização da técnica aos novos materiais e processos.

Visando possíveis aplicações da liga estudada Inconel 625 na indústria do petróleo e gás, foi utilizada a norma de soldagem da Petrobrás N-133 [63], que indica possíveis eletrodos e varetas à realização de soldagem em níquel e ligas de níquel (secção 5.6). O ENiCrMo-3 é indicado como eletrodo preferido para soldagens em superligas de níquel da série 625, e o ENiCrMo-4, como eletrodo alternativo, ambos segundo a especificação AWS A5.11.

A *AMERICAN FILLER METALS* (AFM) [64] descreve o eletrodo ENiCrMo-3 (também chamado de AFM 112 ou *Tech Rod 112*), segundo a especificação AWS/SFA A5.11, como sendo designado para soldagem similar de ligas a base de níquel da série 625 e dissimilar dessa liga com aços ao carbono.

Pfingstag [16], estudou o comportamento à fadiga e à corrosão-fadiga de juntas soldadas da liga Inconel 625 e mostrou que essa liga, devidamente soldada com eletrodo ENiCrMo-3, é promissora à aplicação nas indústrias petrolíferas. Ele observou que essa liga tem boa resistência à corrosão, à fadiga e à corrosão-fadiga. Entretanto, com relação à corrosão, as conclusões foram com base em ensaios de polarização e testes de perda de massa realizados no material base (Inconel 625) e no cordão de solda depositado pelo eletrodo, deixando de explorar outras técnicas existentes na literatura para a avaliação da resistência à corrosão.

### 3.6 Ensaios Eletroquímicos

Os mecanismos de corrosão podem demorar anos para ocorrerem e podem ter interferências externas de diversas variáveis incontroláveis. Em escala laboratorial, ensaios eletroquímicos são utilizados para obter respostas rápidas e seguras sobre os processos e os mecanismos de corrosão, além de possibilitar o estudo da influência de diferentes parâmetros, como composição do eletrólito, temperatura, acabamento superficial. Diversas técnicas foram desenvolvidas e atualmente são usadas em laboratórios para determinar taxa de corrosão em

ambientes agressivos, para estudos sobre mecanismos de corrosão e suscetibilidade à corrosão localizada. Dentre elas, destacam-se a realização de curvas de polarização potenciodinâmica, curvas de voltametria cíclica, de testes de imersão, a realização de ensaios de perda de massa, entre outras técnicas mais específicas para a investigação de um mecanismo específico, como o método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica e as normas aplicáveis a verificação de resistência à corrosão por pites, por exemplo.

### 3.6.1 Curvas de Polarização Potenciodinâmicas

A realização das curvas de polarização potenciodinâmicas é um meio pelo qual pode-se obter informações sobre o comportamento eletroquímico do material em determinadas condições e diferentes eletrólitos. Por ser uma ferramenta de simples e de rápida montagem do aparato instrumental, associado a um resultado de fácil interpretação, essa técnica está presente em diversos trabalhos que estudam o comportamento da resistência à corrosão. Os resultados obtidos são curvas de potencial versus corrente, no qual se aplica uma diferença de potencial e se obtém uma resposta em corrente.

### 3.6.2 Ensaios de Resistência à Corrosão por Pites

#### 3.6.2.1 Caracterização do Potencial de Pite ( $E_{\text{pite}}$ )

A polarização potenciodinâmica cíclica pode ser utilizada para estudar e avaliar a suscetibilidade à corrosão localizada em ligas a base de ferro, de níquel ou de cobalto, segundo ASTM G61 (reprovada em 1998) [65]. A indicação da suscetibilidade da corrosão localizada nesse método de ensaio é dada pelo potencial, no qual as correntes anódicas aumentam rapidamente; quanto mais nobre este potencial, obtido a uma velocidade de varredura fixo, menos susceptível é a liga à corrosão localizada.

A volta (caminho reverso de aplicação de potencial) confirma ou não a ocorrência de corrosão localizada, podendo-se inferir sobre a suscetibilidade à corrosão por pites do material. Assim, se as correntes anódicas do caminho reverso forem similares ou menores do que as da ida, possivelmente não houve corrosão por pites e, conseqüentemente, o material apresenta pouca suscetibilidade à corrosão localizada. Todavia, se as correntes anódicas do caminho

reverso forem maiores do que as da ida, provavelmente terá ocorrido corrosão por pites e/ou por fresta.

A Figura 10 representa uma polarização potenciodinâmica cíclica, para dois diferentes materiais, de modo a exemplificar o método. As curvas indicam, para o caso do aço inoxidável, que a iniciação e a propagação de corrosão localizada ocorre em potencial mais eletronegativo do que o potencial de evolução de oxigênio em ambiente contendo cloreto. Já para a superliga, o resultado indica que não houve corrosão localizada, mas corrosão uniforme na região de transpassividade, ou mesmo apenas evolução de oxigênio, sem nenhum tipo de ataque corrosivo, ou seja, esse aço inoxidável seria mais susceptível a corrosão localizada do que a superliga, para este exemplo.

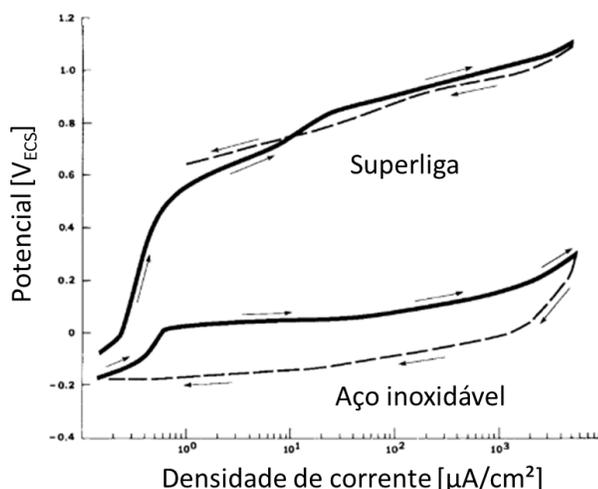


Figura 10. Curvas esquemáticas obtidas com a aplicação da norma ASTM G61 [66].

Fonte: Adaptado da norma ASTM G61 [66].

Os resultados desse ensaio apenas indicam a maior ou menor suscetibilidade à corrosão localizada, mas não são destinados para se correlacionar de forma quantitativa com a taxa de propagação desse tipo de corrosão [66].

### 3.6.2.2 Ensaio de Resistência à Corrosão por Pite por Imersão em Cloreto Férrico ( $\text{FeCl}_3$ )

O ensaio de resistência à corrosão por pites por imersão em  $\text{FeCl}_3$  possibilita determinar a resistência à corrosão por pites em aços inoxidáveis, em ligas a base de níquel e em ligas a base de cromo quando expostos a ambientes oxidantes contendo cloretos. Tal ensaio é normatizado pela norma ASTM G 48-03 [67], que apresenta quatro métodos diferentes:

- Método A – resistência a corrosão por pites em solução de cloreto férrico;
- Método B – resistência a corrosão por fresta em solução de cloreto férrico;
- Método C – temperatura crítica de pite e
- Método D – temperatura crítica de fresta.

Aguero [68] utilizou o ensaio ASTM G48 método A (imersão por 72 horas a 50 °C) para avaliar a resistência à corrosão por pite dos revestimentos de Inconel 625 quando expostos a meios oxidantes na presença de cloretos. O autor afirma que a aplicação da referida norma possibilitou o estudo da resistência à corrosão por pite dessa superliga de níquel como revestimento. Silva et al. [69] também aplicaram essa técnica para avaliar a resistência à corrosão por pites na superliga de níquel da série 625, aplicando a mesma metodologia que Aguero [68] (imersão por 72 horas a 50 °C), e discutiram a aparição de pites nas amostras ensaiadas, mostrando que essa técnica pode ser promissora para avaliar a resistência à corrosão por pites da junta soldada no presente trabalho.

### 3.6.3 Método Eletroquímico de Reativação Potenciodinâmica de Varredura Cíclica

O método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica possibilita, em escala laboratorial e de forma não-destrutiva, estudar e quantificar o grau de suscetibilidade à corrosão intergranular.

A norma ASTM G108-94 (reaprovada em 2010) [70] padroniza o método de teste de reativação eletroquímica para a detecção de sensitização dos aços inoxidáveis dos tipos AISI 304 e 304L, mas pode ser aplicada em outros aços inoxidáveis, assim como em superligas. O ensaio consiste em realizar uma varredura potenciodinâmica em meio ácido a partir da região passiva até o potencial de corrosão. Antes de atingir o potencial de corrosão, o aço inoxidável passa pela

região ativa, na qual a densidade de corrente aumenta até atingir um máximo e depois decresce até o valor de potencial de corrosão, obtendo uma reativação da superfície metálica [70], [71]. A Figura 11 ilustra esquematicamente os resultados em dois corpos de provas diferentes: (1) sensibilizada devido a um tratamento térmico e (2) solubilizada. Quanto maior é o pico da densidade de corrente, maior é a susceptibilidade à corrosão intergranular.

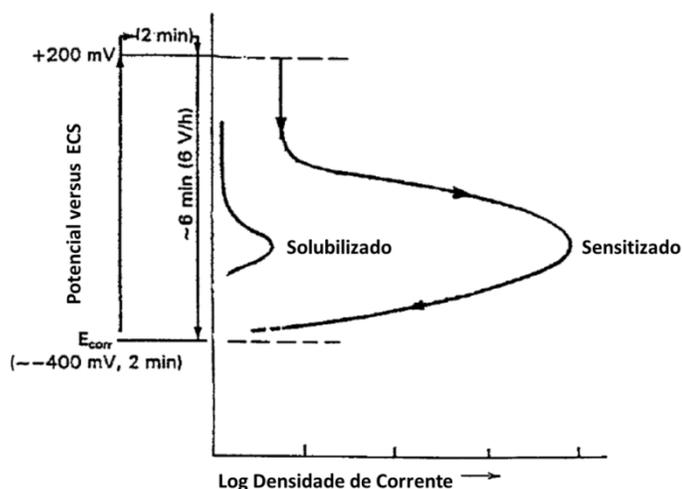


Figura 11. Curvas esquemáticas obtidas com a aplicação da norma ASTM G108-94 [70].

Fonte: Adaptado da norma ASTM G108-94 [70].

Diversos autores [72]–[76] estudaram a susceptibilidade à corrosão intergranular em aços inoxidáveis aplicando essa técnica de reativação potenciodinâmica. Prohaska et al. [76] e Novak et al. [73] compararam a verificação de corrosão intergranular pelo teste Streicher com o método de reativação potenciodinâmica. Assim, eles concluíram que é possível a substituição das técnicas, se o teste de reativação for realizado de maneira precisa e minuciosa, indo ao encontro do que já tinha sido estudado por Cíhal e Stefec [77], os quais também aplicaram a técnica eletroquímica de reativação para verificação de corrosão intergranular. Os autores [76] observaram que o método de reativação detecta tanto a região contínua quanto a localizada de empobrecimento de cromo, já os testes ácidos (teste Streicher) expõem apenas as regiões contínuas empobrecidas que levam à corrosão intergranular.

O processo normatizado [70] indica uma simples varredura linear partindo da região passiva até o potencial de corrosão, entretanto, o método de ciclo duplo vem sendo utilizado por

muitos autores [72], [73], [77], que justificam seu uso pela maior praticidade e melhor reprodutibilidade nos resultados encontrados, já que os resultados são obtidos em minutos e os resultados são de fácil interpretação.

No teste de varredura, o corpo de prova é primeiro polarizado anodicamente, passando pela região ativa até chegar à região passiva. Ao polarizar anodicamente até a região passiva, forma-se um filme passivo sobre a totalidade da superfície. Em seguida, a direção é revertida (da região passiva à ativa) no intuito de reativar a superfície. Ao realizar a varredura inversa, o potencial é reduzido na mesma taxa até o potencial de corrosão, e o filme passivo é quebrado em áreas empobrecidas de cromo. A Figura 12 ilustra esquematicamente o processo, o qual apresenta dois caminhos gerados: um ciclo anódico (ida) e outro de reativação (volta), dando origem ao nome ciclo duplo. Uma relação da corrente máxima gerada no teste de duplo ciclo ( $I_r/I_a$ ) é utilizada como uma medida para o grau de suscetibilidade à corrosão intergranular [72].

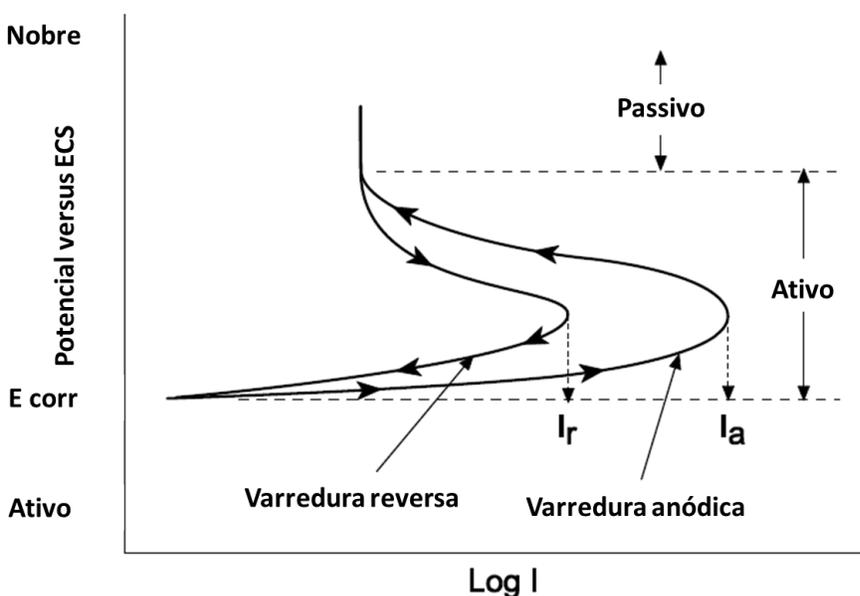


Figura 12. Curva esquemática obtida pelo método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica.

Fonte: Adaptado de Aydogdu [72].

O método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica também tem sido aplicado a superligas a base de níquel, no entanto devido a maior resistência à corrosão

dessas ligas, tem sido empregadas modificações no teste. Alguns autores [9], [76], [78] que trabalharam com superligas de níquel, como o Inconel 625, relatam a necessidade da adição de ácido clorídrico na composição do eletrólito.

Prohaska et al. [76] estudaram a influência de alguns parâmetros: taxa de varredura, potencial de vértice, temperatura da solução e concentração do ativador (KSCN). Os autores [76] concluíram que essa técnica é promissora no que diz respeito à investigação quanto à corrosão intergranular em superligas de níquel. Já Lackner et al. [9] fizeram um estudo similar e concluíram que a liga Inconel 625 é bastante susceptível à corrosão intergranular em certas condições de tratamentos térmicos (950 °C, 3 h, por exemplo) e associaram tal conclusão à pequena zona de empobrecimento de molibdênio (200 a 300 nm), devido à formação de precipitados  $\text{Mo}_6\text{C}$ . Tal ensaio se mostrou promissor para avaliar a resistência à corrosão localizada da junta soldada no presente trabalho.

## 4.0 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho foi realizado utilizando amostras retiradas de uma junta soldada de superliga Inconel 625. A Figura 13 apresenta um fluxograma esquemático da metodologia utilizada neste trabalho. Cada experimento realizado foi repetido pelo menos duas vezes, sendo uma grande parte destes, realizados em triplicata.

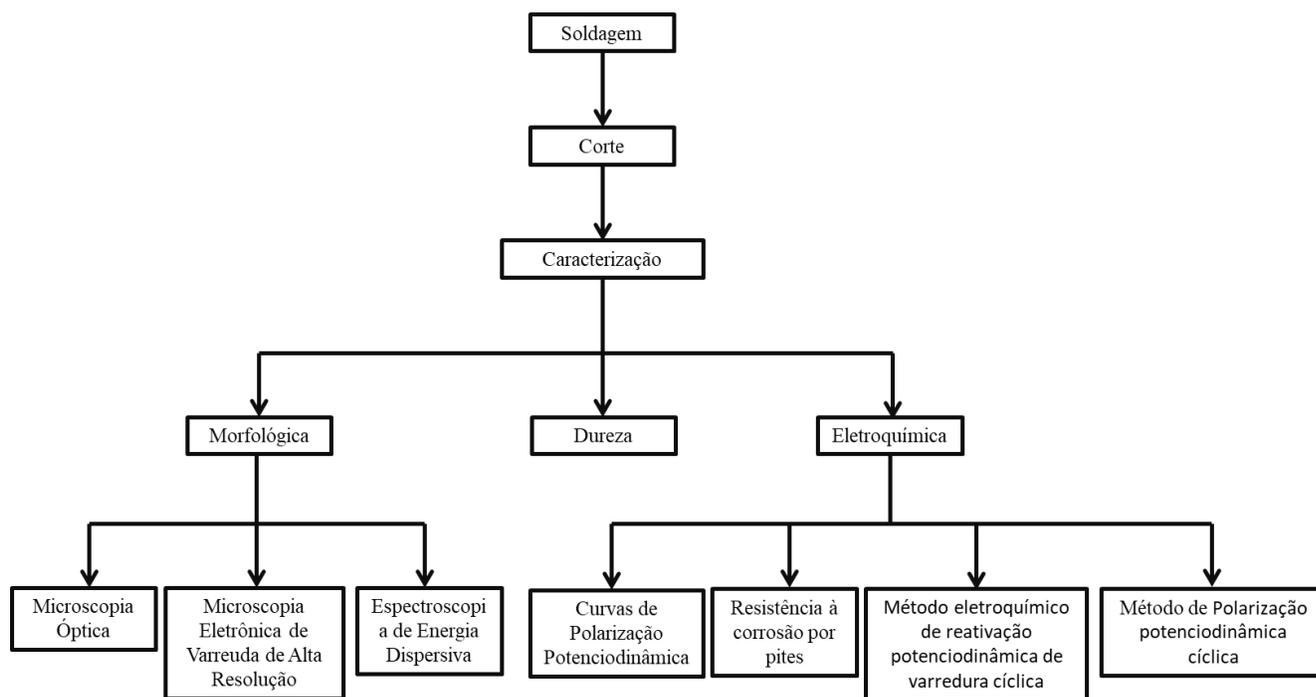


Figura 13. Fluxograma esquemático da metodologia utilizada neste trabalho.

### 4.1 Superliga Inconel 625

Foram utilizadas duas chapas da superliga de níquel da série 625 com a dimensão 100 x 380 x 11 mm, as quais foram laminadas e, posteriormente, submetidas a um processo de tratamento térmico de recozimento pleno. A Tabela 2 mostra a composição química fornecida pelo fabricante das chapas de Inconel 625 utilizadas neste trabalho.

Elemento	C	S	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	Ti	Nb	Fe	P	Al	Co	Ta
% em peso	0,023	0,001	22,3	61,04	0,04	0,13	9,0	0,21	3,45	3,4	0,004	0,16	0,1	0,02

Tabela 2. Composição química da liga Inconel 625.

Fonte: Philip Corners e CO LTDA [79].

#### 4.2 Soldagem

A solda por fusão a arco elétrico com eletrodo revestido foi realizada de topo com 60° de chanfro sem nariz, conforme indica a Figura 14. A amperagem foi entre 65 – 90 A usando corrente contínua, polaridade direta, eletrodo positivo. A solda foi realizada no Laboratório de Soldagem & Técnicas Conexas da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LS&TC – UFRGS). O eletrodo revestido passou pelo processo de secagem em estufa a 225°C por 1,5 horas antes da solda.

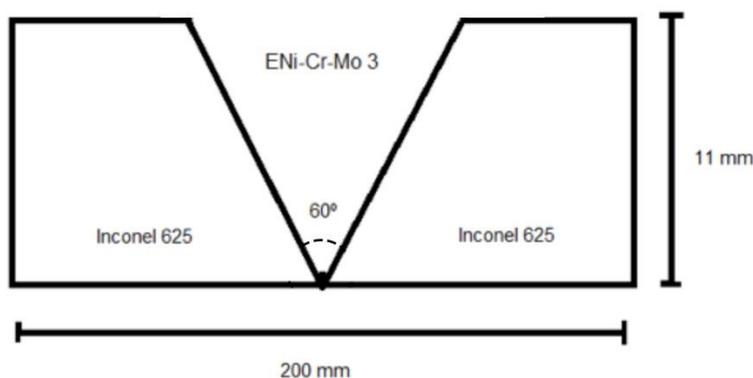


Figura 14. Esquema da solda (fora de escala).

Para a realização da solda, foi utilizado o eletrodo revestido ENiCrMo-3 com 3,2 mm de diâmetro e 36 cm de comprimento, conforme sugerido pela norma N-133 de julho de 2005 da Petrobrás [63]. Foram realizados 5 passes de solda. A Tabela 3 mostra a composição química do eletrodo, fornecida pelo fabricante.

Elemento	Ni	C	Mn	Fe	S	Cu	Si	Cr	Nb	Mo	P
% em peso	55,0	0,1	1,0	7,0	0.02	0,5	0,75	20 - 23	3,15 - 4,15	8 - 10,1	0,03
	min	máx	máx	máx	máx	máx	máx				máx

Tabela 3. Composição química do eletrodo ENiCrMo-3.

Fonte: Techalloy Company, Inc. [80].

### 4.3 Caracterização da Junta Soldada

Após obter a junta soldada, amostras foram extraídas por meio de corte por jato d'água, para que o corte não influenciasse nos resultados posteriores e devido ao fato de a liga apresentar alta resistência ao corte. Assim, toda e qualquer alteração nos resultados poderia ser associada ao processo de soldagem a arco e não devido ao calor gerado no momento do corte. Os cortes foram realizados perpendicularmente ao cordão de solda realizado (direção AA da Figura 15 a)), de forma a obter diversas amostras finas, aproximadamente 30 x 10 x 11 mm, da junta soldada.

Todas as caracterizações da junta soldada foram realizadas na secção transversal dessas amostras finas, como pode ser observado na ilustração da Figura 15 b).

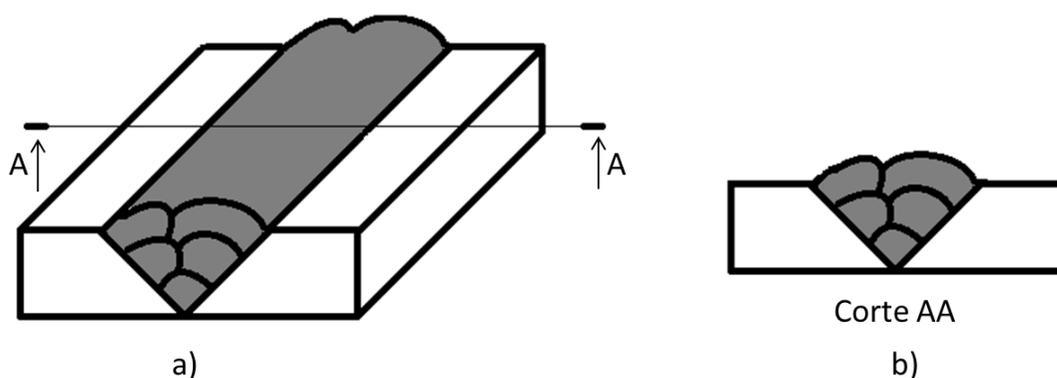


Figura 15. Esquema dos cortes realizados pelo processo de jato d'água para obtenção das amostras.

As amostras, após o corte, foram embutidas em resina acrílica de forma que a secção transversal da solda (Figura 15 b)) pudesse ser estudada. Posteriormente, essa secção transversal foi submetida ao processo de preparação superficial. Houve lixamento com lixas de carbetos de

silício de granulometria #80 a #2500 de forma gradual e padrão, sendo rotacionada em 90° à medida que era trocada a lixa, para aumentar a eficiência na retirada dos sulcos oriundos das granulometrias inferiores. Por fim, as mesmas foram polidas com pasta de diamante de 1 µm em uma politriz automatizada. As amostras foram limpas esfregando algodão umedecido com água deionizada e esfregando algodão umedecido com álcool, em seguida, foram jateadas com água deionizada e seca com ar frio.

A junta soldada foi caracterizada quanto à morfologia pela técnica de microscopia óptica (MO), de microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (MEV-FEG) e de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e quanto à propriedade mecânica de dureza pela análise de perfil de microdureza Vickers.

#### 4.3.1 Caracterização Morfológica

Para revelar a microestrutura, as amostras foram submetidas ao ataque químico por imersão com o reativo Adler (3 g de cloreto de cobre II, 15 g cloreto ferro III, 50 mL ácido clorídrico e água deionizada até completar 100 mL) entre 10-15 segundos. Em seguida, as amostras foram devidamente lavadas com água em abundância e limpas esfregando algodão umedecido com água deionizada e esfregando algodão umedecido com álcool, e, em seguida, foi jateada água deionizada e seca com ar frio.

##### 4.3.1.1 Microscopia Óptica

Após ataque químico da secção transversal da junta soldada (Figura 15 b)), imagens ao longo de toda junta foram registradas utilizando o Microscópio Óptico CX31 do Laboratório de Pesquisa em Corrosão da UFRGS (LAPEC - UFRGS).

##### 4.3.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura de Alta Resolução (MEV-FEG) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Primeiramente, foi removida a resina acrílica utilizada como suporte para o lixamento mecânico e polimento já que o feixe de elétrons pode degradar tal material, evaporando o solvente do material polimérico e causando danos ao equipamento. Esse procedimento foi realizado com cautela para que a superfície preparada não fosse danificada.

As imagens de microscopia eletrônica de varredura de alta resolução foram adquiridas com o equipamento MIRA3 da TESCAN da Universidade de Caxias do Sul (UCS), que possuía o módulo de espectroscopia de energia dispersiva acoplado.

Para melhor realizar a caracterização morfológica por MEV-FEG/EDS as amostras foram recobertas com carbono.

#### 4.3.2 Caracterização quanto à Dureza

Os ensaios de dureza foram realizados no Laboratório de Metalurgia Física da UFRGS (LAMEF – UFRGS), utilizando o durômetro Instron modelo Tukon 2100B. Com este equipamento, realizou-se o perfil de microdureza Vickers automaticamente ao longo da secção transversal da solda (Figura 15 b)), registrando 100 valores de dureza desde o metal base de um lado da solda até o metal base do lado oposto, passando por toda extensão do cordão de solda.

As endentações foram realizadas paralelamente ao lado de maior dimensão (200 mm) 5 mm acima do patamar inferior. Ou seja, a curva de microdureza Vickers foi extraída dos resultados de dureza do meio da amostra, conforme Figura 16.

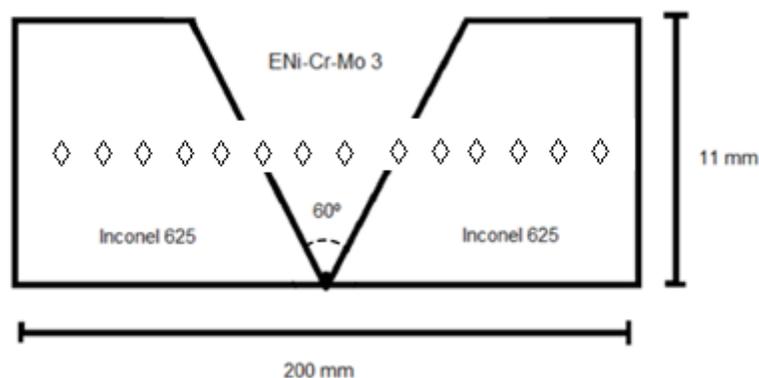


Figura 16. Representação de onde foi realizado o ensaio de microdureza Vickers (sem escala).

É importante ressaltar que o corte transversal foi realizado de maneira perfeitamente perpendicular à superfície para se medir as impressões corretas nas amostras, sem acrescentar erros às medidas.

Para as medições de microdureza foi utilizado um indentador Vickers com força de 1 kgf por 15 segundos. A distância entre as indentações foi de 0,4 mm, para que uma impressão não interferisse na outra.

#### 4.3.3 Caracterização Eletroquímica

As amostras da junta soldada também foram extraídas por meio de corte por jato d'água, para que pudessem ser realizadas as caracterizações eletroquímicas. Os cortes foram realizados perpendicularmente ao cordão de solda realizado (direção AA da Figura 15 a)), de forma a obter diversas amostras finas, aproximadamente, 30 x 10 x 11 mm da junta.

Assim como as amostras para caracterização da junta soldada (capítulo 3.3 do presente trabalho), as amostras para caracterização eletroquímica foram lixadas, polidas e limpas. O lixamento mecânico foi realizado até a lixa de grana #600, e o polimento foi realizado com pasta de diamante de 1  $\mu\text{m}$ . Após a preparação superficial, a resina acrílica foi removida para melhor adaptação a células eletroquímicas. Esse procedimento foi realizado com cautela para que a superfície preparada não fosse danificada.

Todas as caracterizações eletroquímicas foram realizadas na secção transversal da junta soldada. Uma mesma secção transversal foi utilizada para caracterizar o metal base e o metal de solda, sendo utilizado um anel de vedação de silicone como vedação para expor uma área de 0,1384  $\text{cm}^2$  (0,42 cm de diâmetro), posicionado como indica a Figura 17, exceto na caracterização de resistência à corrosão por pite, a qual foi realizada por ensaio de imersão de toda secção transversal. A área indicada como “Caracterização Eletroquímica no Metal Base”, na Figura 17, ilustra onde foi posicionado o anel de vedação para expor a exata área do metal base ao ensaio eletroquímico; enquanto a indicação “Caracterização Eletroquímica no Metal de Solda”, na mesma Figura 17, ilustra a exposição pelo anel de vedação da área do metal de solda (zona fundida). O contato elétrico foi realizado com garra jacaré presa diretamente no canto superior direito da amostra.

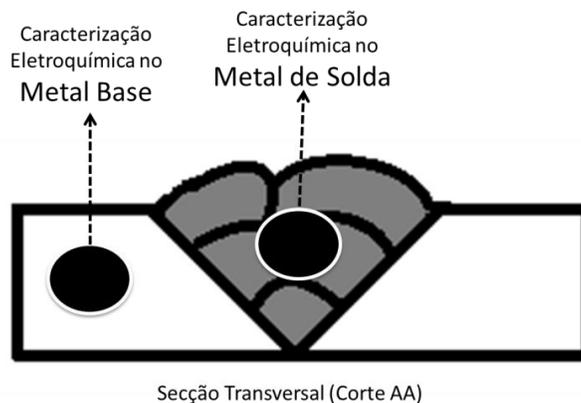


Figura 17. Ilustração para identificar o local exato no qual foram realizados os ensaios eletroquímicos.

Para a caracterização eletroquímica foram realizadas curvas de polarização potenciodinâmicas, curvas de polarização potenciodinâmica cíclica, ensaios de resistência à corrosão por pites e ensaios de reativação potenciodinâmica de ciclo duplo. Todos os ensaios eletroquímicos foram realizados, no mínimo, em duplicata.

#### 4.3.3.1 Polarização Potenciodinâmica

Curvas de polarização potenciodinâmicas foram realizadas para avaliar a junta soldada Inconel-Inconel quanto à corrosão. Para isso, foi utilizado o equipamento Potenciostato/Galvanostato AUTOLAB PGSTAT 302N do Laboratório de Pesquisa em Corrosão da UFRGS (LAPEC-UFRGS). Os ensaios foram realizados no metal base e no metal de solda (Figura 17).

Foi utilizada uma célula de três eletrodos: eletrodo de trabalho (metal base ou metal de solda) com  $0,1384 \text{ cm}^2$  de área exposta; eletrodo de referência (Eletrodo de Calomelano Saturado – ECS), empregando-se um capilar de Luggin; e com contra eletrodo (fio de platina). A Figura 18 mostra como foi montada a célula que foi utilizada nos ensaios.

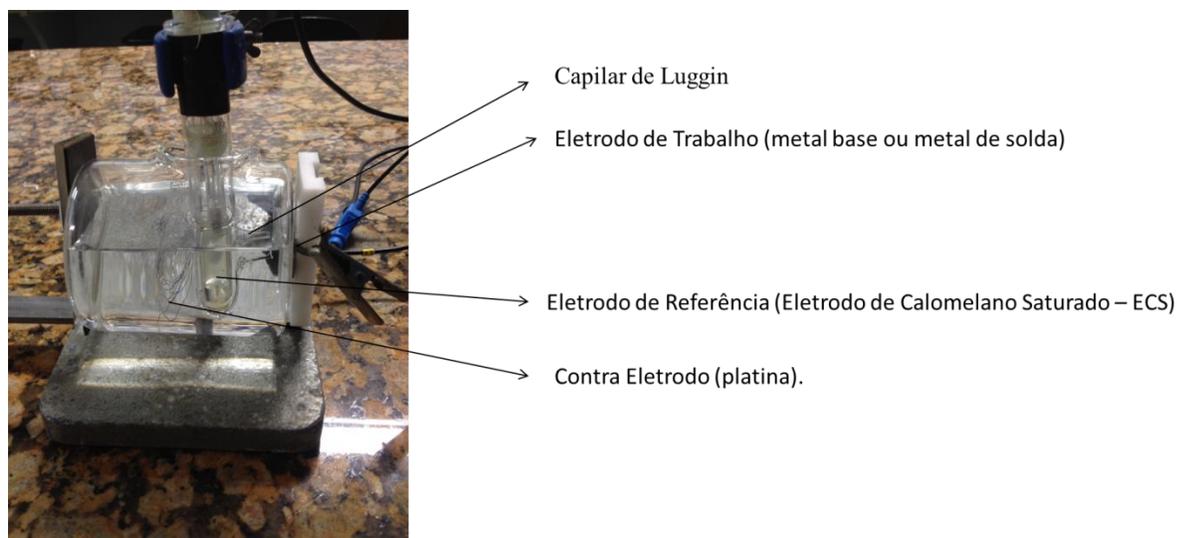


Figura 18. Célula de três eletrodos empregada nos ensaios eletroquímicos.

Os ensaios foram realizados em três diferentes soluções:

- 3,5% NaCl (pH 6,5);
- 3,5% NaCl + 0,01M Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (pH 6,5) e
- 3,5% NaCl + 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (pH 0,34).

A primeira solução (3,5% NaCl) foi escolhida tendo por motivação o fato de que a superliga de níquel Inconel 625 seja promissora como aplicação na indústria do petróleo e gás. Logo, foi avaliado o comportamento dessa liga em ambientes com a concentração de íons cloreto similar a encontrada em ambiente marinho.

A segunda solução (3,5% NaCl + 0,01M Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) foi estudada devido ao fato de que, em ambientes de extração de petróleo do tipo ácido, há a preocupação quanto à concentração de íons cloreto, como também há interesse quanto ao estudo do comportamento dessa liga na presença de gás sulfídrico (H<sub>2</sub>S). Cabe salientar que o composto tiosulfato (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) foi utilizado para simular a presença do gás tóxico H<sub>2</sub>S. Além disso, é sabido que o Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, mesmo em pequenas concentrações, pode modificar a formação do filme passivo nessas ligas [51], [81].

Já a terceira solução (3,5% NaCl + 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) foi escolhida por ser uma solução ácida e, conseqüentemente, ser mais agressiva que as demais e propiciar uma região ativa na curva de polarização. Também cabe ressaltar que há autores [82], [83] que já estudaram essas superligas

em meios ácidos. Esta solução contendo ácido sulfúrico sofreu borbulhamento com nitrogênio por 02 horas, para que o meio fosse desaerado, e a reação catódica do oxigênio tivesse sua corrente reduzida, expondo a zona ativa do material nesse meio. O borbulhamento continuou durante todo o ensaio. Já as demais soluções foram em meio naturalmente aerado. Todos os ensaios foram sem agitação e à temperatura ambiente, sendo as curvas iniciadas em  $-300$  mV VS. OCP e terminadas em  $+1000$  mV VS. OCP com velocidade de varredura de  $0,5$  mV/s. É importante também salientar que os ensaios em solução ácida foram realizados em capela, para que os gases liberados da solução não contaminassem o local do ensaio.

#### 4.3.3.2 Resistência à Corrosão por Pites

##### 4.3.3.2.1 Caracterização do Potencial de Pite ( $E_{\text{pite}}$ )

Esse método foi escolhido para determinar a susceptibilidade à corrosão localizada (por pites) da junta soldada Inconel 625. Entretanto, para melhor estudar a junta soldada e a susceptibilidade à corrosão por pites, a aplicação dessa norma foi realizada em duas etapas, tanto no metal base como no metal de solda (Figura 17):

- aplicação da norma ASTM G61-86 e
- aplicação da norma ASTM G61-86 a  $90$  °C.

Para a aplicação da norma ASTM G61-86 [66], foi utilizado o mesmo equipamento Potenciostato/Galvanostato AUTOLAB PGSTAT 302N e a mesma montagem da célula de três eletrodos, já descrita na capítulo 3.4.1 e ilustrada pela Figura 18. Já para a aplicação da norma ASTM G61-86 a  $90$  °C, houve adaptações (Figura 19) na montagem da célula de três eletrodos, para que pudesse ser aplicada a temperatura de  $90$  °C.

Para atingir a temperatura desejada de  $90$  °C, foi utilizada uma célula de dupla camisa, na qual circulava água aquecida pela parte externa da célula que continha a solução. Para aquecer e circular a água na célula, foi utilizado um banho termostático, mangueiras de silicone e uma bomba peristáltica. Para diminuir a interferência, devido ao motor do banho, a célula foi posta dentro de uma gaiola de Faraday. O controle da temperatura foi realizado com auxílio de um termômetro acoplado de forma que medisse a temperatura da solução (*bulk*), já que há perdas térmicas no caminho do banho à célula. Foi necessário acoplar também um condensador à célula,

para que a solução que evaporasse retornasse ao ensaio e, conseqüentemente, não houvesse alteração quanto à concentração da solução estudada. Como os ensaios foram em temperatura elevada, foi preciso a realização de uma ponte salina, para que o eletrodo de referência, que era calomelano saturado, não fosse danificado e medisse corretamente o potencial. Assim, com a ponte salina, a solução permaneceria a temperatura de 90 °C e o eletrodo a 25 °C, não atribuindo erros às medidas. Todas essas adaptações podem ser visualizadas na Figura 19.

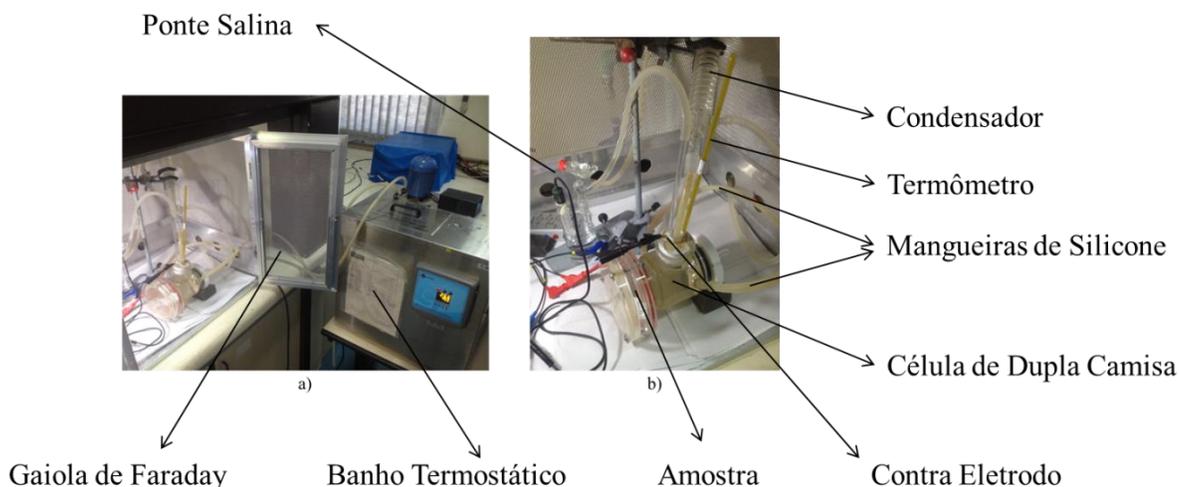


Figura 19. Célula de três eletrodos utilizada para os ensaios a 90 °C e equipamentos auxiliares. a) banho termostático para o aquecimento e circulação da água quente e gaiola de Faraday para diminuir ruídos externos; b) aparatos da célula de três eletrodos para os ensaios a 90 °C.

A norma ASTM G61-86 [66] indica a solução de 3,5%, em peso, de NaCl e o ensaio em uma varredura anódica com velocidade de 0,6 V/h (0,1667 mV/s) a partir do potencial de circuito aberto (OCP) até uma densidade de corrente de 5 mA/cm<sup>2</sup>. Ao alcançar esta densidade de corrente, o sentido de varredura foi revertido até o OCP inicial.

Nos ensaios a 90 °C, a programação foi a mesma, sendo necessário esperar que a solução chegasse a temperatura desejada, o que levou em torno de 1 hora. O corpo de prova permaneceu dentro da solução durante o aquecimento. Não foi observado grandes modificações no valor do potencial de circuito aberto durante esse procedimento.

#### 4.3.3.2.2 Resistência à Corrosão por Pites por Teste de Imersão

Os ensaios de imersão para avaliar a resistência à corrosão por pites foram baseados no método A da norma ASTM G48-03 [67]. As amostras foram suspensas com auxílio de um fio de silicone, como pode ser visto na Figura 20 b), para que pudessem ser imergidas em 1 L de solução de 6%, em massa, de cloreto férrico –  $\text{FeCl}_3$  que já estava a  $50\text{ }^\circ\text{C}$ , e permanecendo no local por 72 horas.

Para aquecer a solução, foi utilizada uma chapa de aquecimento como mostra a Figura 20 a). A temperatura foi controlada com auxílio de um termômetro de vidro que permaneceu dentro da solução durante todo o teste. No fundo do becker contendo a solução, foi posto um agitador magnético para que a temperatura e a composição da solução fossem homogêneas ao longos das 72 h. É importante salientar que os ensaios foram realizados em capela, para que os gases liberados da solução não contaminassem o local do ensaio.

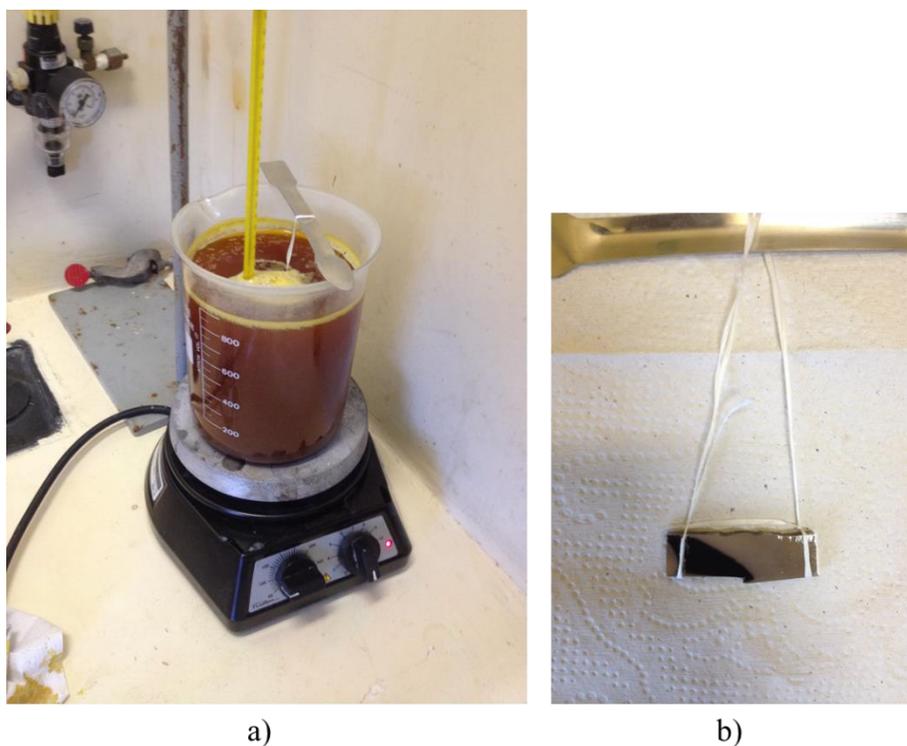


Figura 20. Ensaio de imersão segundo ASTM G48-03 - método A. a) esquema de montagem; b) detalhes de como a amostra foi suspensa.

Após a realização dos ensaios de imersão, as amostras foram caracterizadas por microscopia óptica utilizando o Microscópio Óptico CX31 do Laboratório de Pesquisa em Corrosão da UFRGS (LAPEC - UFRGS). Toda a superfície da amostra ensaiada foi varrida à procura de corrosão por pites e/ou sítios de corrosão, sendo que os resultados serão mostrados para cada região de interesse nesse trabalho (metal base e metal de solda).

Para caracterizar a resistência à corrosão por pites, foram realizadas observações por microscopia óptica para verificar a ocorrência de pites. Essa inspeção pós testes, foi realizada de maneira minuciosa, para que toda a região imergida fosse analisada e que todos os pites fossem caracterizados. Como parâmetros para a caracterização dos pites encontrados nas amostras analisadas, foram utilizados o diâmetro médio dos pites e a densidade de pites em cada região. O diâmetro dos pites foi medido com auxílio do *software* ImageJ.

Durante as 72 horas de ensaio, em intervalos de 1 hora, era realizada a medição do potencial de circuito aberto (OCP). A medição foi realizada com um eletrodo de calomelano saturado (ECS) e o potencial era medido com um voltímetro posicionado no lado externo do aparato montado (Figura 20 A). A cada 1 h, o ECS era mergulhado dentro do Becker contendo a solução de 6% FeCl<sub>3</sub> e o potencial lido no voltímetro foi anotado. Após a medição, o eletrodo era limpo e guardado em outro Becker contendo KCl saturado.

#### 4.3.3.3 Método Eletroquímico de Reativação Potenciodinâmica de Varredura Cíclica

O método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica foi aplicado tanto no metal base como no metal de solda (Figura 17), para que a junta soldada Inconel-Inconel pudesse ser estudada quanto à corrosão localizada. O método foi inspirado na norma ASTM G108-94 [70], mas com algumas modificações propostas por outros autores [9], [78], [84], os quais já estudaram a superliga de níquel Inconel 625, realizando o método de ciclo duplo (ida –varredura anódica- e volta –varredura reversa-), ao invés de varredura simples, com a adição do reagente químico HCl (ácido clorídrico).

A solução utilizada no presente trabalho foi a mesma que Lackner et al. [9] utilizaram em seu trabalho no qual o material também era Inconel 625: 146 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 120 mL de HCl, 97 mg de KSCN, 734 mL água deionizada. O pH da solução ficou próximo de zero (pH ~ 0,05). O

potencial inicial da varredura foi de  $-100$  mV vs. OCP até  $150$  mV vs. ECS, retornando até o ponto de partida. A velocidade de varredura foi de  $1,667$  mV/s.

Para a realização desse método, foi utilizado o equipamento Potenciostato/Galvanostato AUTOLAB PGSTAT 302N e uma célula com três eletrodos idêntica a já descrita no item 3.4.1 e pode ser observada na Figura 18. Os ensaios também foram realizados em capela para que os gases que evoluíssem não contaminassem o local, além de a solução ter odor desagradável característico do gás sulfídrico ( $H_2S$ ).

Para interpretar os resultados obtidos, foi calculada a razão da máxima densidade de corrente na repassivação (varredura reversa) pela máxima densidade de corrente na ativação (varredura anódica), obtendo uma razão  $I_r/I_a$  conforme indicado na Figura 12. Esse valor foi multiplicado por 100 para obter porcentagem.

#### 4.3.3.4 Polarização Potenciodinâmica Cíclica

Os ensaios de polarização potenciodinâmica cíclica também foram realizados em uma célula eletroquímica de três eletrodos, conforme Figura 18, utilizando o mesmo Potenciostato/Galvanostato AUTOLAB PGSTAT 302N.

A solução foi a mesma que a usada no método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica:  $146$  mL de  $H_2SO_4$ ,  $120$  mL de  $HCl$ ,  $97$  mg de  $KSCN$ ,  $734$  mL água deionizada. O início da varredura foi em  $-300$  mV vs. OCP até  $+1200$  mV vs. ECS (potencial de vértice) e a volta até  $-300$  mV vs. OCP com velocidade de varredura de  $0,5$  mV/s. Realizando, assim, um ciclo completo de voltametria.

Em soluções ácidas, ao realizar uma varredura anódica completa, o material passa por uma região na qual ocorre dissolução total (franca), sem a presença de um filme superficial, ocorrendo apenas polarização por ativação. Essa região é chamada de região de ativação. No pico de ativação (máxima densidade de corrente observada), o material não apresenta filme em sua superfície, ocorrendo máxima dissolução. O potencial nesse ponto chama-se potencial de Flade. Continuando a varredura (potencial mais positivos), o material entra em uma região de formação de óxido, formando filme passivo na superfície. Essa região é chamada de região de passivação, pois o óxido formado protege contra corrosão fazendo cair o valor de densidade de

corrente. O pico de densidade de corrente é dependente da natureza do material e dos ânions da solução, os quais estabilizam a película de óxido.

Ao passar pela zona de ativação, um filme passivo em ambas regiões da junta soldada possivelmente foi formado. Portanto, ao realizar o caminho reverso, mais características quanto a esse filme passivo poderiam ser analisadas. Então, esse ensaio foi motivado para completar o estudo do comportamento quanto à corrosão da junta soldada Inconel-Inconel, sendo os ensaios realizados tanto no metal base como no metal de solda (Figura 17).

#### 4.3.3.5 Soluções e Parâmetros dos Ensaios

Para melhor esclarecer a metodologia empregada para avaliar a resistência à corrosão da junta soldada de Inconel 625, a Tabela 4 mostra um resumo de todos os ensaios, as soluções e os parâmetros utilizados no presente trabalho.

Ensaio	Solução	Potencial inicial	Potencial de vértice	Potencial final	Velocidade de varredura	Temperatura da solução	pH	Observações
Polarização Potenciodinâmica	3,5% NaCl	-300 mV vs OCP	-	+1200 mV vs OCP	0,5 mV/s	Temperatura ambiente	6,5	Ensaio sem agitação; Meio normalmente aerado.
Polarização Potenciodinâmica	3,5% NaCl 0,01M Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	-300 mV vs OCP	-	+1200 mV vs OCP	0,5 mV/s	Temperatura ambiente	6,5	Ensaio sem agitação; Meio normalmente aerado.
Polarização Potenciodinâmica	3,5% NaCl 1M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	-300 mV vs OCP	-	+1200 mV vs OCP	0,5 mV/s	Temperatura ambiente	0,4	Ensaio sem agitação; Desaerada com nitrogênio por 2 h.
Caracterização do Potencial de Pite	3,5% NaCl	OCP	5 mA/cm <sup>2</sup>	OCP	0,1667 mV/s	Temperatura ambiente	6,5	Baseado na norma ASTM G61-86.
Caracterização do Potencial de Pite	3,5% NaCl	OCP	5 mA/cm <sup>2</sup>	OCP	0,1667 mV/s	90 °C	6,5	Baseado na norma ASTM G61-86.
Teste de Imersão	6% FeCl <sub>3</sub>	-	-	-	-	50 °C	-	Imersão por 72 horas; Baseado na norma ASTM G48-03.
Método Eletroquímico de Reativação Potenciodinâmica de Varredura Cíclica	146 mL/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ; 120 mL/L de HCl; 97 mg/L de KSCN e 734 mL/L água deionizada	-100 mV vs. OCP	+150 mV vs. ECS	-100 mV vs. OCP	1,667 mV/s	Temperatura ambiente	0,1	Metodologia proposta por Lackner et al. <sup>(8)</sup>
Polarização Potenciodinâmica Cíclica	146 mL/L de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ; 120 mL/L de HCl; 97 mg/L de KSCN e 734 mL/L água deionizada	-300 mV vs. OCP	+1200 mV vs. ECS	-300 mV vs. OCP	0,5 mV/s	Temperatura ambiente	0,1	-

Tabela 4. Metodologias e parâmetros empregados para os ensaios eletroquímicos.

## 5.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Junta Soldada

A solda Inconel-Inconel, utilizando a técnica de soldagem a arco com o eletrodo revestido ENiCrMo 3, foi realizada adequadamente, como pode ser observado na imagem de topo da junta (Figura 21). O cordão de solda, na parte superior, tem aproximadamente 2,0 cm de largura e não apresenta defeitos aparentes na inspeção visual, conforme Figura 21.

Devido à abertura do chanfro utilizado ( $60^\circ$ ) e o preenchimento obtido por cada eletrodo revestido, a solda foi realizada em multipasses. Para cada passe de soldagem, foram utilizados dois eletrodos, já que o comprimento das chapas era de 380 mm.

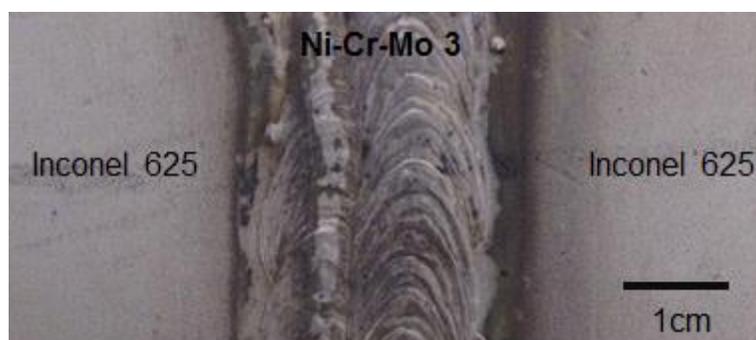


Figura 21. Imagem de topo da junta soldada Inconel-Inconel realizada pela técnica de soldagem a arco com eletrodo revestido (ENiCrMo-3).

### 5.2 Caracterização da Junta Soldada

Após a retirada de amostras da junta soldada, conforme descrito no item 3.3, foram realizadas caracterizações quanto à microestrutura por microscopia óptica e por microscopia eletrônica de varredura de alta resolução acoplado a um sistema de espectroscopia de energia dispersiva e à microdureza Vickers.

## 5.2.1 Caracterização Morfológica

### 5.2.1.1 Microscopia Óptica

A Figura 22 mostra a macrografia e a micrografia da junta soldada realizadas nesse trabalho. A Figura 22 apresenta 5 imagens diferentes (a, b, c, d, e) para melhor caracterizar a junta soldada quanto à morfologia.

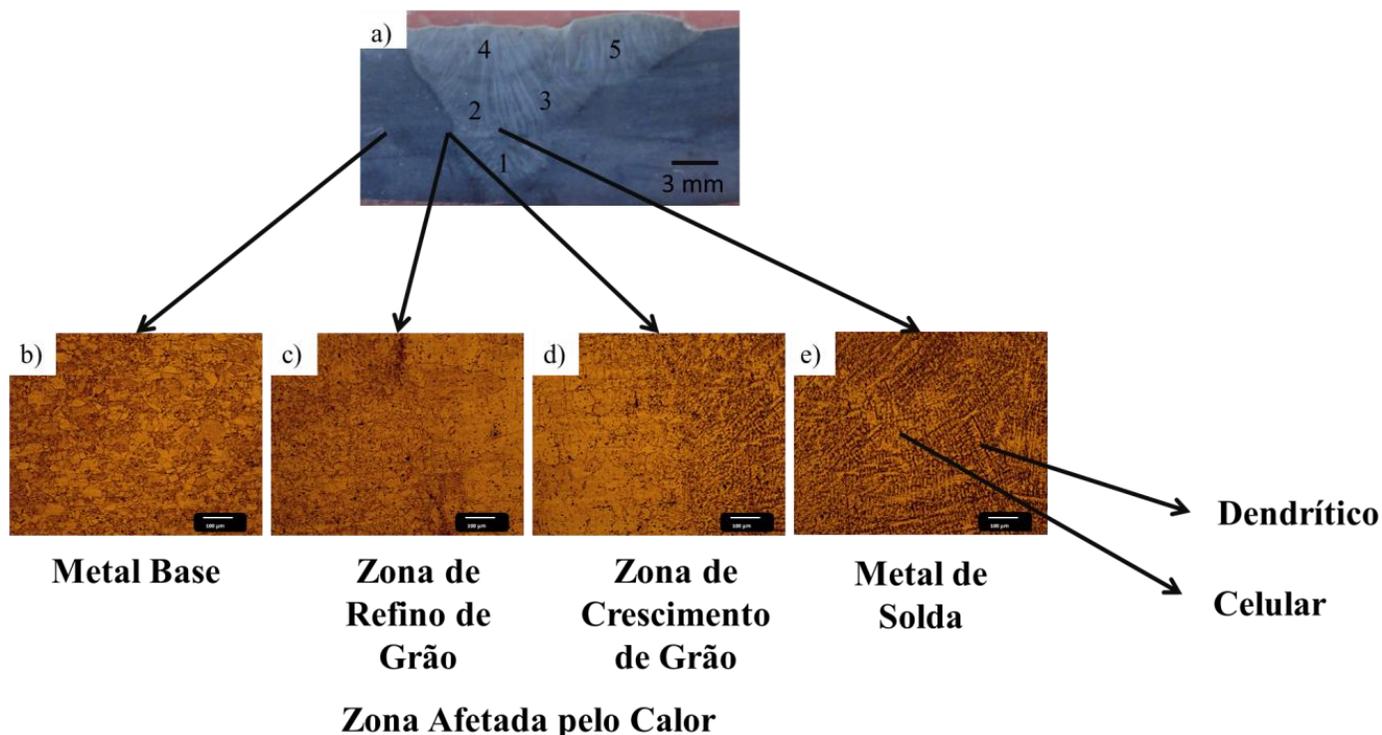


Figura 22. Macrografia e micrografia da junta soldada Inconel-Inconel realizada pelo processo de soldagem a arco com eletrodo revestido (ENiCrMo-3). a) macrografia da secção transversal da junta soldada com números indicativos dos passes de soldagem; b) microestrutura do metal base (MB); c) e d) microestrutura da zona afetada pelo calor (ZAC); e) microestrutura do metal de solda (MS). Ataque químico com reagente Adler.



Figura 22 a). Macrografia da secção transversal da junta soldada.

A Figura 22 a) é uma macrografia da junta, pode-se verificar que foram realizados cinco passes de soldagem para o preenchimento do chanfro de  $60^\circ$ , marcados pelos números de 1 a 5. O número 1 indica onde ocorreu o primeiro passe (passe de raiz). Nessa macrografia, também é possível observar a estrutura bruta de solidificação, onde participam tanto a alma do eletrodo revestido ENiCrMo-3, quanto a própria liga de Inconel, devido à diluição típica do processo de soldagem a arco. No passe 1, a frente de solidificação apresenta uma inclinação diferente do que a inclinação vista nos demais passes, devido ao fato de as dendritas apresentarem crescimento em sentidos diferentes. No passe de raiz, a fonte fria, na qual nucleiam as dendritas, é o metal base que apresenta a inclinação do chanfro. Já, nos demais passes, existe tanto a fonte fria, oriunda do metal base (inclinado), como a oriunda dos passes anteriores, que estão localizados logo abaixo.

Com as micrografias realizadas (Figura 22 b), c), d), e)), foi possível fazer um mapeamento micrográfico de toda a região da junta soldada e de todos os efeitos da energia de soldagem. Para tal, foram registradas imagens do metal base à esquerda da junta (Figura 22 b)) até a região do metal soldado (Figura 22 e)).

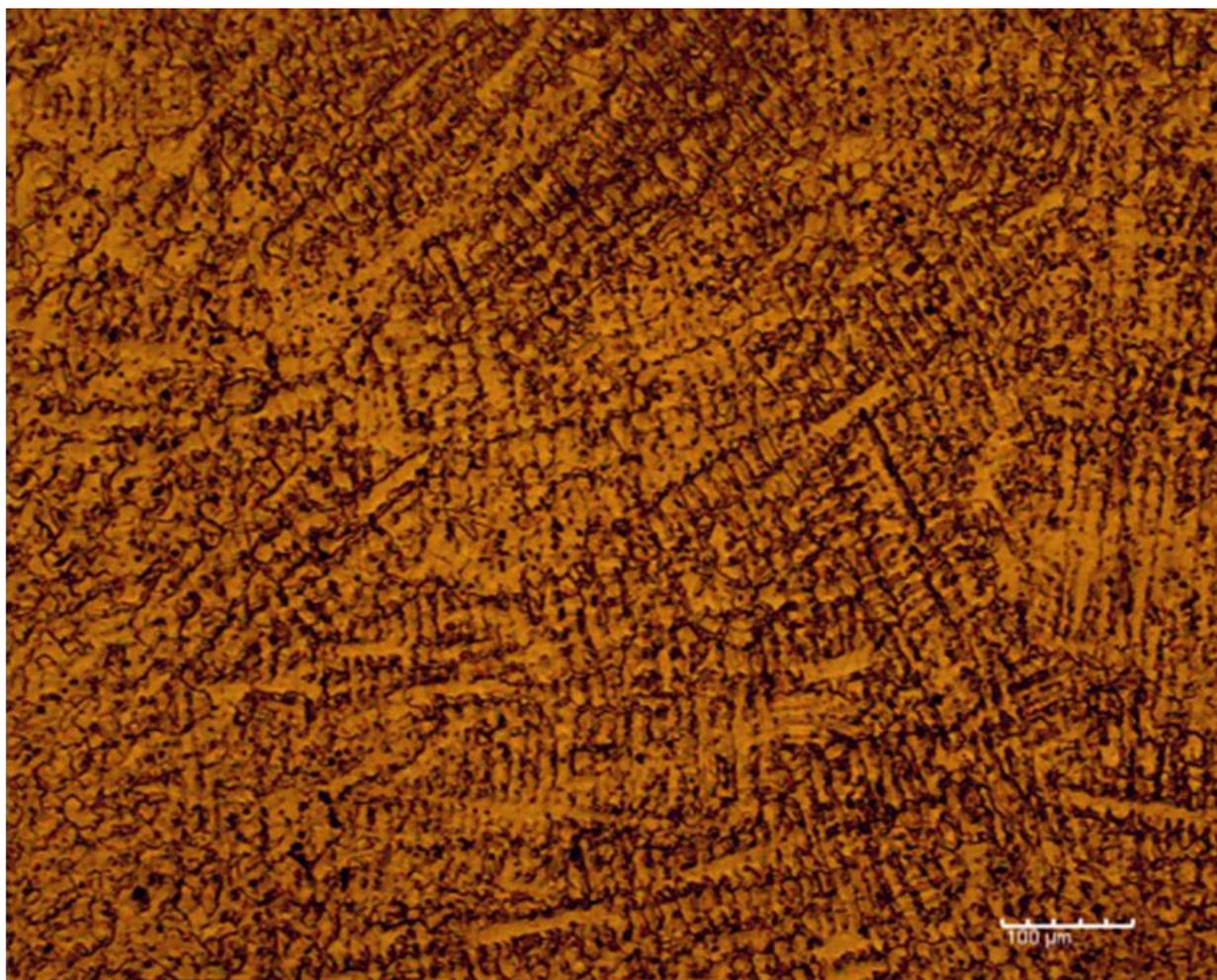


Figura 22 e). Microestrutura do metal de solda (MS).

A Figura 22 e) mostra a área de preenchimento (metal de solda) e confirma a presença de dendritas oriundas da solidificação. A solidificação apresentou estruturas diferentes: celular e dendrítica, como também já relatado na literatura [68]. A estrutura celular pode ser vista como ilhas (células) de solidificação na Figura 22 e), enquanto a estrutura dendrítica pode ser percebida por ramificações da dendritas (marcas escuras) na Figura 22 e).



Figura 22 d). Microestrutura da Zona afetada pelo calor (ZAC). Região de crescimento de grão.



Figura 22 c). Microestrutura da Zona afetada pelo calor (ZAC). Região de refino de grão.

Na Figura 22 d), pode-se observar a primeira região da zona afetada pelo calor (ZAC), zona de crescimento de grão, assim como a zona de ligação da solda. Em direção ao metal base, a Figura 22 c) mostra a segunda região da ZAC, zona de refino de grão [57].



Figura 22 b). Microestrutura do metal base (MB).

Por fim, a Figura 22 b) mostra a microestrutura do metal base utilizado neste trabalho. A chapa de Inconel 625 apresenta uma microestrutura de grãos de tamanho médio e pouco refinados, além de grãos facetados com algumas maclas de recozimento ou deformação, características da fase austenita e do processo de resfriamento, sofrido pela chapa.

### 5.2.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura de Alta Resolução (MEV-FEG) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS)

Em prol de caracterizar melhor a morfologia apresentada pela junta soldada no presente trabalho, foram realizadas microscopias eletrônicas de varredura de alta resolução (MEV-FEG) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS), a fim de mapear e caracterizar cada zona e os precipitados presentes na microestrutura.

#### 5.2.1.2.1 Metal Base

A Figura 23 mostra a imagem de MEV-FEG obtida da secção transversal do metal base da junta solda estudada nesse trabalho.

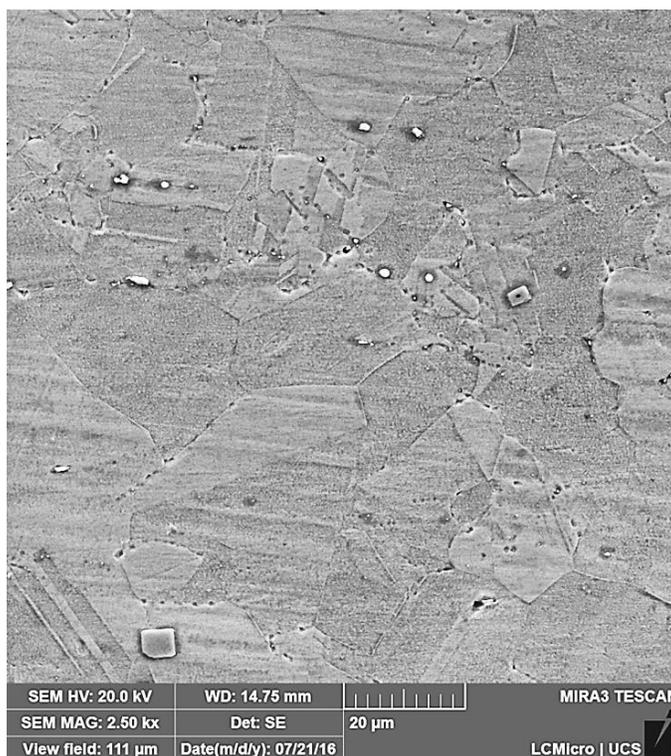


Figura 23. Imagem obtida para o metal base por microscopia eletrônica de varredura de alta resolução. Ataque químico com reagente Adler.

O metal base apresenta grãos facetados com algumas maclas de recozimento ou deformação com a presença de alguns precipitados, confirmando o já foi discutido com base na Figura 22 b).

As imagens de MEV-FEG foram obtidas a partir de elétrons de baixa energia (elétrons secundários). Essa técnica obtém imagens com contraste e destaca o relevo da amostra. Os elétrons secundários são gerados pelas interações elétron-átomo da amostra e, por isso, somente aqueles gerados junto à superfície podem ser reemitidos e, mesmo estes, são muito vulneráveis à absorção pela topografia da superfície. Por conseguinte, as imagens foram obtidas com a melhor resolução possível para estudar a morfologia do material [85].

Devido à técnica de alta resolução, foi possível perceber que os precipitados apresentam formas e geometrias diferentes, sendo necessária a técnica de EDS para diferenciar e caracterizar melhor tais precipitados. A Figura 24, então, mostra o mapeamento de elementos químicos níquel (Ni), molibdênio (Mo), ferro (Fe), cromo (Cr), nióbio (Nb) e titânio (Ti) no metal base.

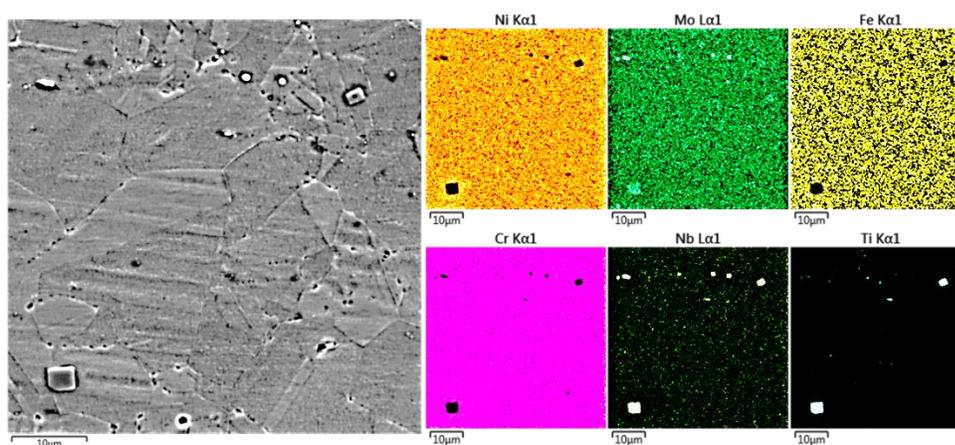


Figura 24. Análise da composição química do metal base por espectroscopia de energia dispersiva.

O metal base apresenta uma matriz onde predomina os elementos níquel e cromo, já que esses elementos apresentam sinal com maior intensidade (laranja – Ni e roxo - Cr) bem distribuído em toda a área analisada, como pode ser observado na Figura 24. Como tem sido relatado na literatura, essas ligas apresentam uma boa combinação de resistência mecânica e de resistência à corrosão em elevadas temperaturas devido à sua matriz endurecida por solução sólida à base de níquel-cromo [20], [25], [26] e devido à formação de um filme passivo na superfície.

Como pode-se observar na Figura 23, o metal base apresenta precipitados ao longo da matriz. A partir do mapeamento de composição química por EDS (Figura 24), nota-se que tais precipitados são compostos por molibdênio, nióbio e titânio. Os precipitados de molibdênio e nióbio apresentam morfologia circular e/ou levemente alongada, (Figura 24, verde – Mo e verde musgo - Nb). Com base na literatura [9], [78], [84], é possível inferir que esses precipitados provavelmente são de NbC, Mo<sub>6</sub>C. Na imagem também é possível identificar precipitados com a morfologia retangulares (Figura 24 cor azul e verde musgo), que podem ser precipitados de (Ti,Nb)(C,N) [78], entretanto não é possível fazer tal afirmação com base nos ensaios/resultados do presente trabalho, sendo necessário ensaios complementares.

#### 5.2.1.2.2 Zona Afetada pelo Calor

A Figura 25 mostra a região que foi afetada pelo calor da soldagem. Na Figura 25 a), pode ser observada a primeira região da ZAC, a qual é uma região de crescimento de grãos, conforme já comentado na Figura 22. Na Figura 25 b), pode ser observada a segunda região da ZAC, a qual é uma região de refinamento de grãos.

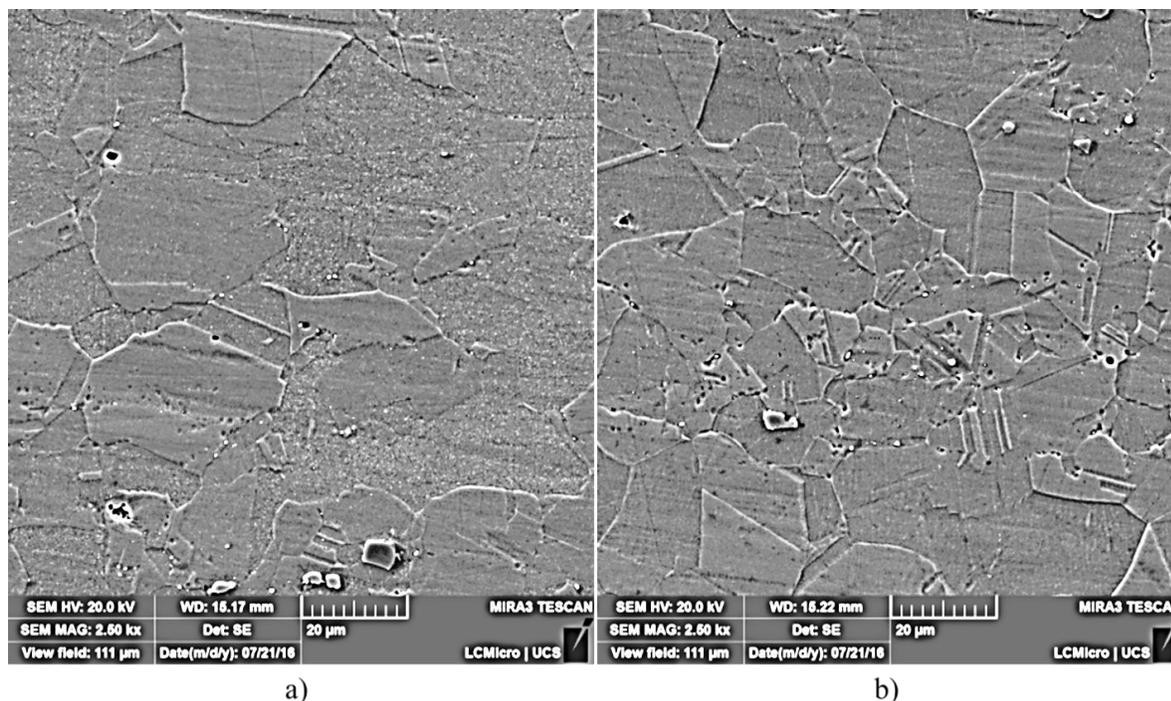


Figura 25. Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de alta resolução da zona afetada pelo calor. a) zona de crescimento de grão e b) zona de refino de grão. Ataque químico com reagente Adler.

A primeira região da zona afetada pelo calor (Figura 25 a)) apresenta grãos visualmente maiores do que a observada no metal base (Figura 23). Quanto à segunda região, pode ser observado (Figura 25 b)) que os grãos são menores do que os da primeira região e também menores do que os grãos do metal base (Figura 25 a) e Figura 23, respectivamente). Esse refino de grão observado pode ser uma recristalização, devido à faixa de temperatura menor alcançada nessa região e às tensões residuais resultantes da soldagem. Em ambas regiões, a microestrutura é austenítica com alguns precipitados dispersos na matriz. De modo geral, a ZAC apresenta, aparentemente, a mesma quantidade de precipitados observados no MB.

Para caracterizar os precipitados dessa região, foi realizado a técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), obtendo o mapeamento dos elementos químicos níquel (Ni), molibdênio (Mo), ferro (Fe), cromo (Cr), nióbio (Nb) e titânio (Ti), como pode ser observado na Figura 26.

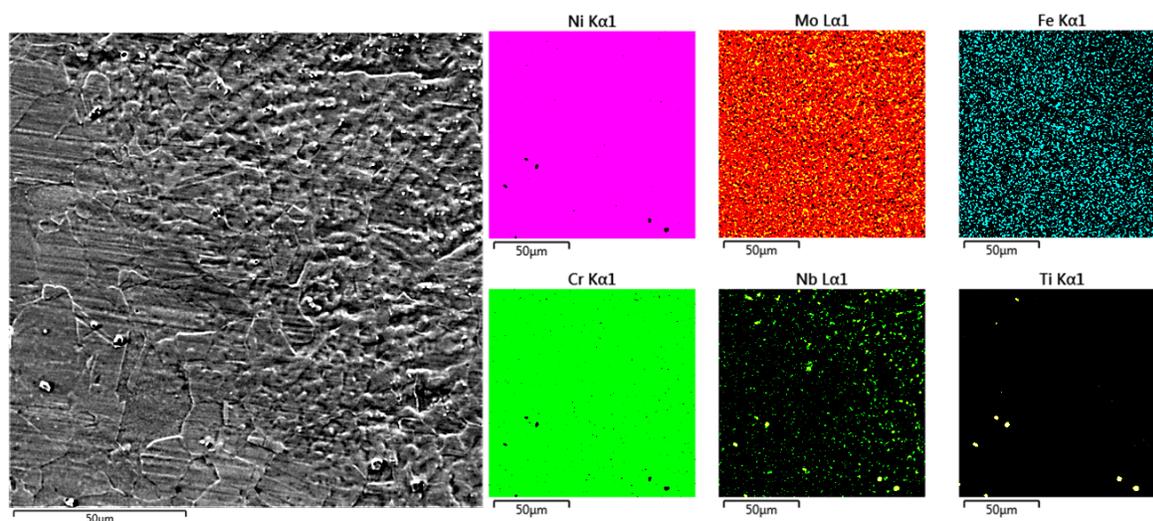


Figura 26. Análise da composição química da zona afetada pelo calor por espectroscopia de energia dispersiva realizada.

A Figura 26 evidencia que a zona afetada pelo calor apresenta uma matriz onde predomina níquel-cromo, assim como o metal de base, já que esses elementos apresentam sinal com maior intensidade (roxo – Ni e verde - Cr) e bem distribuído em toda imagem. Percebe-se também que os precipitados ali presentes são compostos por molibdênio, nióbio e titânio, assim como observado no metal base (Figura 24).

Portanto, a zona que foi termicamente afetada apresenta, em termos de morfologia, uma grande similaridade com o metal base da superliga Inconel 625, visto que não apresentou diferenças significativas quanto à microestrutura e aos precipitados presentes, a não ser quanto ao tamanho de grão.

### 5.2.1.2.3 Metal de Solda

A Figura 27 mostra a imagem obtida por MEV-FEG da região do metal de solda, a qual é formada pelo eletrodo ENiCrMo-3 fundido e diluído com o metal de base. A Figura 27 a) mostra a região de interesse com uma magnitude de aumento de 2.500 vezes e a Figura 27 b) mostra a região com magnitude de 5.000 vezes, para melhor caracterizar e avaliar os precipitados.

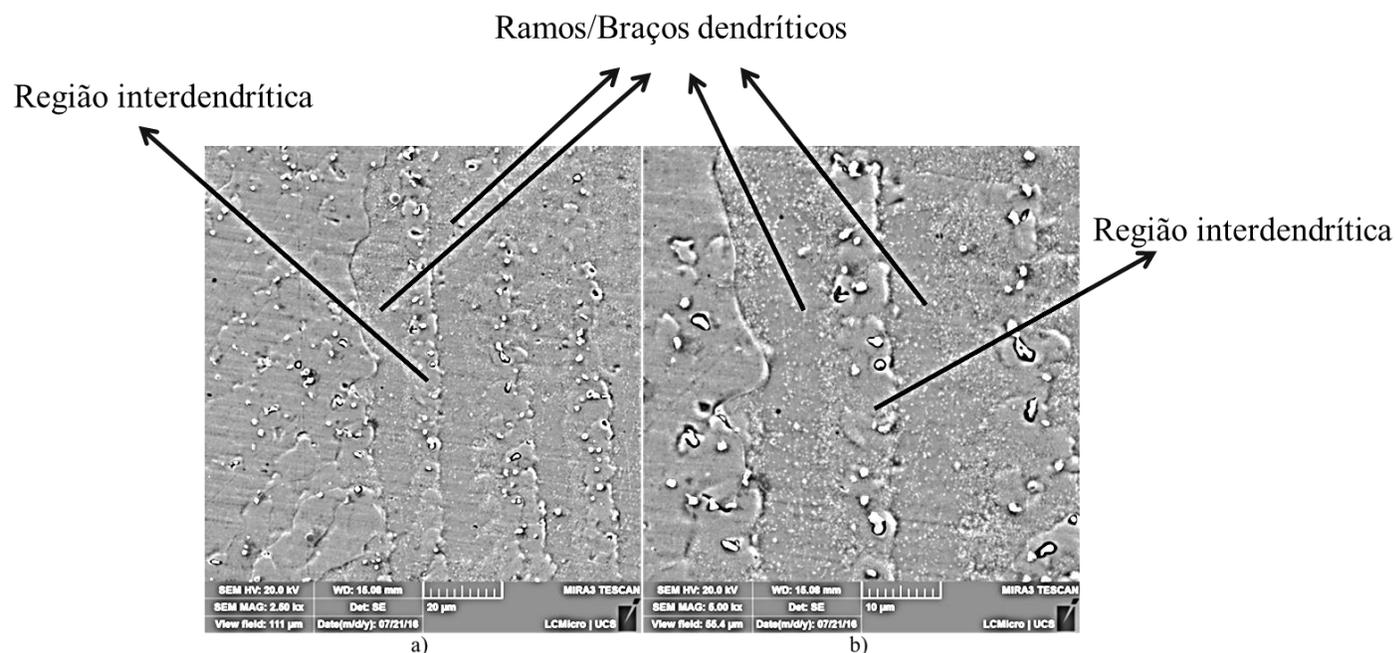


Figura 27. Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de alta resolução do metal de solda. a) aumento de 2500 vezes e b) aumento de 5000 vezes. Ataque químico com reagente Adler.

Como já discutido em capítulos anteriores, essa região da solda é composta por uma estrutura bruta e grosseira de solidificação, a qual apresenta estruturas celulares e dendríticas (Figura 22 e)). Essa morfologia é oriunda da solidificação do metal fundido que preencheu o chanfro da solda e uniu as peças metálicas.

Ao solidificar o metal de solda, podem ocorrer microsegregações de elementos de liga nos espaços ainda líquidos entre as células e os ramos dendríticos, consoante pode ser observado na Figura 27. Essa morfologia heterogênea de precipitados interdendríticos ocorre devido ao processo de solidificação devido à soldagem, como apontam outros autores [12], [21], [86].

Os precipitados interdendríticos foram caracterizados pela técnica de EDS. A Figura 28, então, mostra o mapeamento de composição química para os elementos: níquel (Ni), molibdênio (Mo), ferro (Fe), cromo (Cr), nióbio (Nb), realizado nessa região da solda.

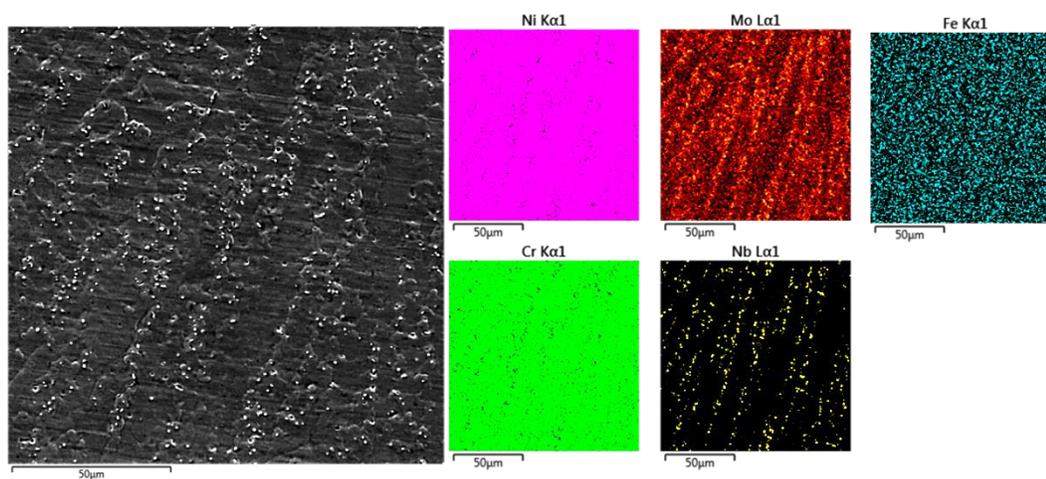


Figura 28. Análise da composição química do metal de solda por espectroscopia de energia dispersiva.

O metal de solda apresenta uma matriz fundamentalmente de níquel-cromo, parecida com a do metal base, já que esses elementos apresentam sinais mais intensos e homogeneamente distribuídos (roxo – Ni e verde - Cr), como pode ser observado na Figura 28. Entretanto, diferentemente do metal base e da zona afetada pelo calor, essa região da solda apresenta, visualmente, maior quantidade de precipitados de molibdênio e nióbio alinhados nas regiões entre as dendritas, como pode ser visto na Figura 28 (cores laranja – Mo e verde musgo - Nb).

Diversos autores [87]–[90] relataram a tendência de microsegregações de nióbio e molibdênio, e a formação de fases ricas nestes elementos (Laves e Sigma) nas zonas interdendríticas, o que, no presente trabalho, pode ser observado na Figura 27 e na Figura 28.

A Figura 28 não mostra o mapeamento de cores do elemento químico titânio, visto que o equipamento não detectou tal elemento na análise. Portanto, possivelmente o metal de solda não continha precipitados de titânio (como TiN) na morfologia. Uma explicação para essa ausência pode ser o fato de o eletrodo revestido utilizado no trabalho (ENiCrMo-3) não possuir, em sua composição, o elemento químico titânio, como mostram os resultados de análise de composição química (Tabela 3).

### 5.2.2 Caracterização quanto à Dureza

Os valores de dureza foram medidos a partir do metal base da extremidade esquerda da amostra até o metal base da extremidade direita dela, garantindo que a zona fundida e a zona afetada pelo calor fossem totalmente mensuradas. O perfil obtido é apresentado na Figura 29.

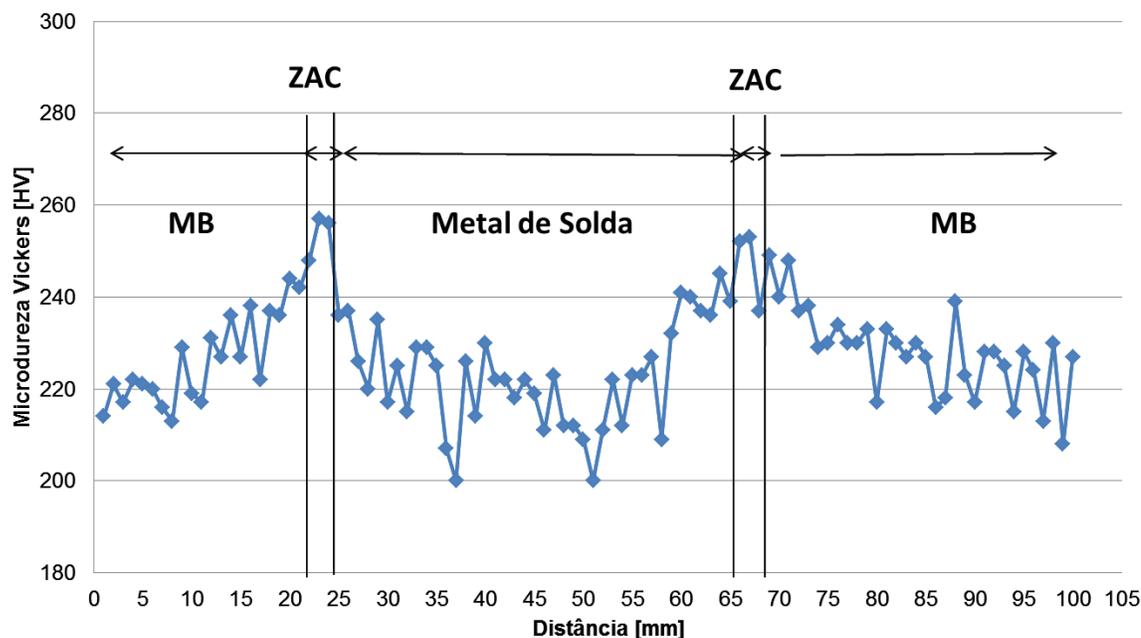


Figura 29. Perfil de dureza da junta soldada.

O perfil de dureza da junta soldada apresentou um formato de “U”, evidenciando que a solda a arco de eletrodo revestido interfere na propriedade de dureza do Inconel 625. Essa

interferência, porém, não é expressiva em termos de valores, já que o metal base apresenta uma dureza média de 230 HV, o metal de solda apresenta, em média, 219 HV e a zona afetada pelo calor apresenta, em média, 240 HV.

O metal base apresentou uma dureza típica de uma chapa de Inconel 625 que sofreu tratamento térmico de recozimento pleno, dando valores próximos, inclusive, aos valores fornecidos pelo fabricante da chapa (Philip Corners e CO LTDA) que foi de 227 HV. A zona do metal de solda apresenta menores valores de dureza, já que apresenta microestrutura dendrítica grosseira bruta de solidificação (Figura 22 e)). Já a zona afetada pelo calor apresentou os maiores valores de dureza, tendo em vista que é uma região em que ocorrem modificações estruturais devido ao calor gerado na solda, como a região de refinamento de grão (Figura 22 d) e Figura 25), aumentando, a dureza nessa região da ZAC [58].

A Figura 29 colaborou para identificar a extensão da zona afetada pelo calor oriundo do calor da solda. Juntamente com as micrografias apresentadas na Figura 22, estima-se que a zona afetada pelo calor foi, aproximadamente, em torno de 3 a 5 milímetros de extensão.

### 5.2.3 Caracterização Eletroquímica

Curvas de polarização potenciodinâmica foram realizadas em duas regiões da junta soldada: metal base (MB) e metal de solda (MS), conforme ilustrado pela Figura 17. Ademais, três diferentes soluções foram propostas para caracterização eletroquímica (3,5% NaCl, 3,5% NaCl + 0,01M Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 3,5% NaCl + 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), como já descrito no item 3.4.1 do presente trabalho.

#### 5.2.3.1 Polarização Potenciodinâmica

A Figura 30 apresenta as curvas de polarização potenciodinâmica obtidas em solução de 3,5% NaCl, e a Tabela 5 apresenta os resultados extraídos por meio da técnica de extrapolação das retas de Tafel para cada região (metal base e metal de solda).

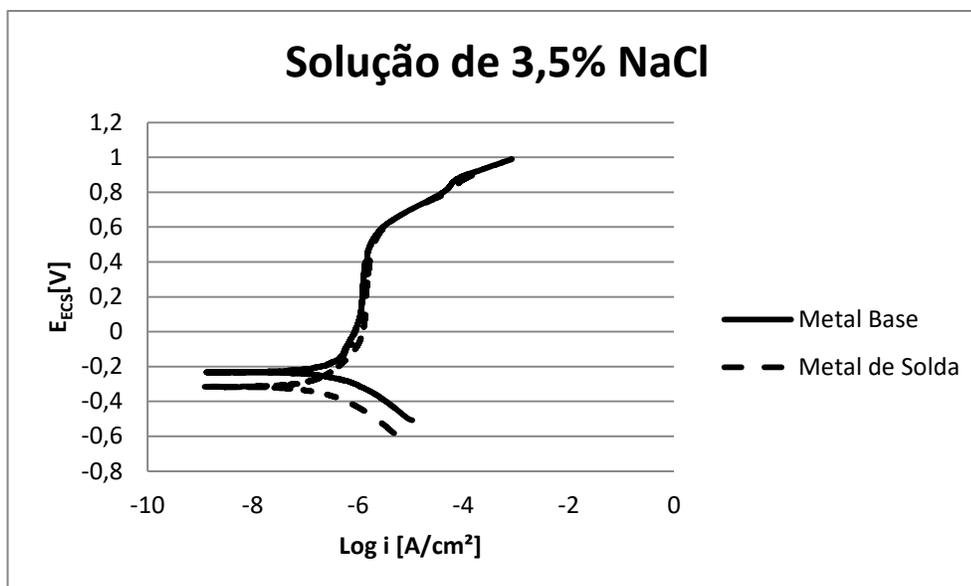


Figura 30. Curvas de polarização potenciodinâmicas obtidas em duas regiões da junta soldada de Inconel 625 (Metal Base e Metal de Solda) em solução de 3,5% NaCl (pH=6,5). Ensaio sem agitação, à temperatura ambiente e solução normalmente arejada. Varredura de  $-300$  mV até  $+1200$  mV VS. OCP com velocidade de varredura de  $0,5$  mV/s.

	$E_{\text{corr}}$ [V <sub>ECS</sub> ]	$i_{\text{corr}}$ [A/cm <sup>2</sup> ]	$E_{\text{Transp}}$ [V <sub>ECS</sub> ]	$E_{\text{evo O}_2}$ [V <sub>ECS</sub> ]
Metal Base	-0,24	$3,98 \times 10^{-7}$	0,52	0,81
Metal de Solda	-0,33	$3,16 \times 10^{-7}$	0,52	0,82

Tabela 5. Valores de  $E_{\text{corr}}$  e  $i_{\text{corr}}$  obtidos por extrapolação das retas de Tafel e valores de  $E_{\text{transp}}$  e  $E_{\text{evo O}_2}$  extraídas das curvas de polarização potenciodinâmicas em solução de 3,5% NaCl (pH=6,5).

Os resultados mostram que tanto o Inconel 625 (metal base) quanto a junta soldada (metal de solda) apresentam excelente resistência à corrosão em meio que se aproxima às condições de ambientes marinhos, indo ao encontro da literatura [14]–[16], [42]. Cabe salientar que, para ambas as regiões analisadas, as correntes passivas foram na ordem de décimos de microampère por centímetro quadrado ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ); as densidades de corrente foram bem próximas;

os potenciais de corrosão entre o metal de base e o metal de solda foram levemente deslocados; os potenciais de transpassivação e os potenciais de evolução de oxigênio (inflexão nas curvas em potenciais mais altos) foram praticamente os mesmos (Tabela 5).

Como já mostrado com o diagrama de Pourbaix (Figura 7), em potenciais elevados e em pH neutro de 6,5, o cromo forma, por meio de uma reação anódica, íons dicromato (Equação 1), os quais são solúveis e, por isso, há um significativo aumento nas densidades de corrente no potencial de 0,52 V em relação ao ECS para ambas as regiões analisadas (Figura 30). O aumento do potencial leva à liberação de oxigênio devido à quebra da água (Equação 2), e um segundo aumento de corrente anódica é observado nos potencial de 0,81 V e 0,82 V para as respectivas regiões (Figura 30).

A Figura 31 apresenta as curvas de polarização potenciodinâmica para a solução de 3,5% NaCl + 0,01M Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, e a Tabela 6 apresenta os resultados obtidos pela extrapolação das retas de Tafel a partir das curvas de polarização potenciodinâmica.

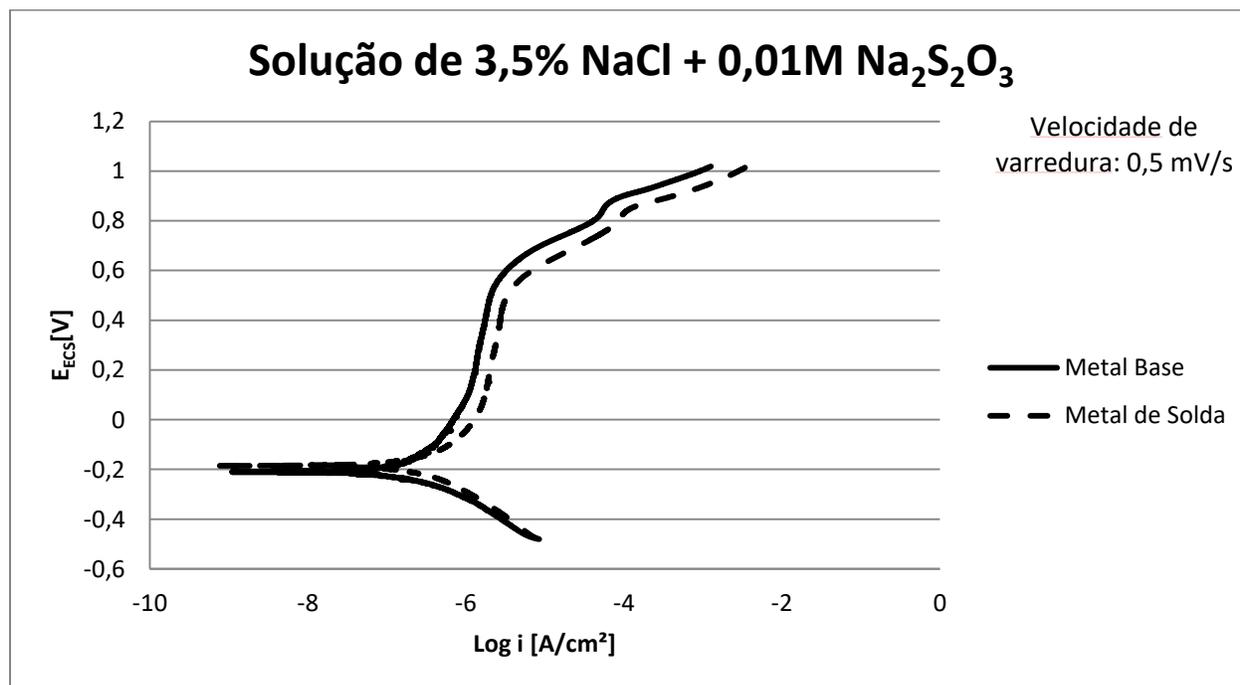


Figura 31. Curvas de polarização potenciodinâmicas, obtidas em diferentes regiões da junta soldada de Inconel 625 (Metal Base e Metal de Solda) em solução de 3,5% NaCl + 0,01 mol/L Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (pH = 6,5). Ensaios sem agitação, à temperatura ambiente e solução normalmente

arejada. Varredura de  $-300$  mV até  $+1200$  mV VS. OCP com velocidade de varredura de  $0,5$  mV/s.

	$E_{\text{corr}} [\text{V}_{\text{ECS}}]$	$i_{\text{corr}} [\text{A}/\text{cm}^2]$	$E_{\text{Transp}} [\text{V}_{\text{ECS}}]$	$E_{\text{evo } \text{O}_2} [\text{V}_{\text{ECS}}]$
Metal Base	-0,22	$3,54 \times 10^{-7}$	0,52	0,83
Metal de Solda	-0,20	$4,68 \times 10^{-7}$	0,49	0,81

Tabela 6. Resultados de  $E_{\text{corr}}$  e  $i_{\text{corr}}$  obtidos por extrapolação das retas de Tafel e valores de  $E_{\text{transp}}$  e  $E_{\text{evo } \text{O}_2}$  extraídas das curvas de polarização potenciodinâmicas em solução de 3,5% NaCl + 0,01 mol/L  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (pH =6,5).

O meio contendo enxofre (3,5% NaCl + 0,01M  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) poderia ser agressivo, visto que ele pode alterar a formação do filme passivo obtido nas superligas de níquel. Entretanto, observou-se (Figura 31) que esse meio não alterou as correntes passivas da liga Inconel 625, quando comparado ao meio contendo somente cloreto (3,5% NaCl (Figura 30)).

Além disso, pode-se verificar que tanto a solda quanto o metal base apresentam excelente resistência frente à corrosão mesmo com a presença de tiosulfato. Segundo Mulford e Tromans [51], a presença de tiosulfato, em ensaios a temperatura ambiente com solução de pH neutro, não influencia na formação de filmes passivos das superligas de níquel da série 625, devido à presença de molibdênio na liga (Tabela 2). Em altas temperaturas, todavia, a presença do tiosulfato fica evidente no processo corrosivo dessa liga de níquel.

Os mesmos fenômenos de dissolução transpassiva e de evolução de oxigênio, observados na Figura 30, foram também observados na Figura 31, demonstrando que a presença do tiosulfato não alterou os potenciais de ocorrência das reações, consoante Equação 1 e Equação 2.

A Figura 32 apresenta as curvas de polarização potenciodinâmica para a solução de 3,5% NaCl + 1M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , e a Tabela 7 apresenta os resultados extraídos por meio do método da extrapolação das retas de Tafel e outras informações obtidas do resultado, para cada região nessa solução.

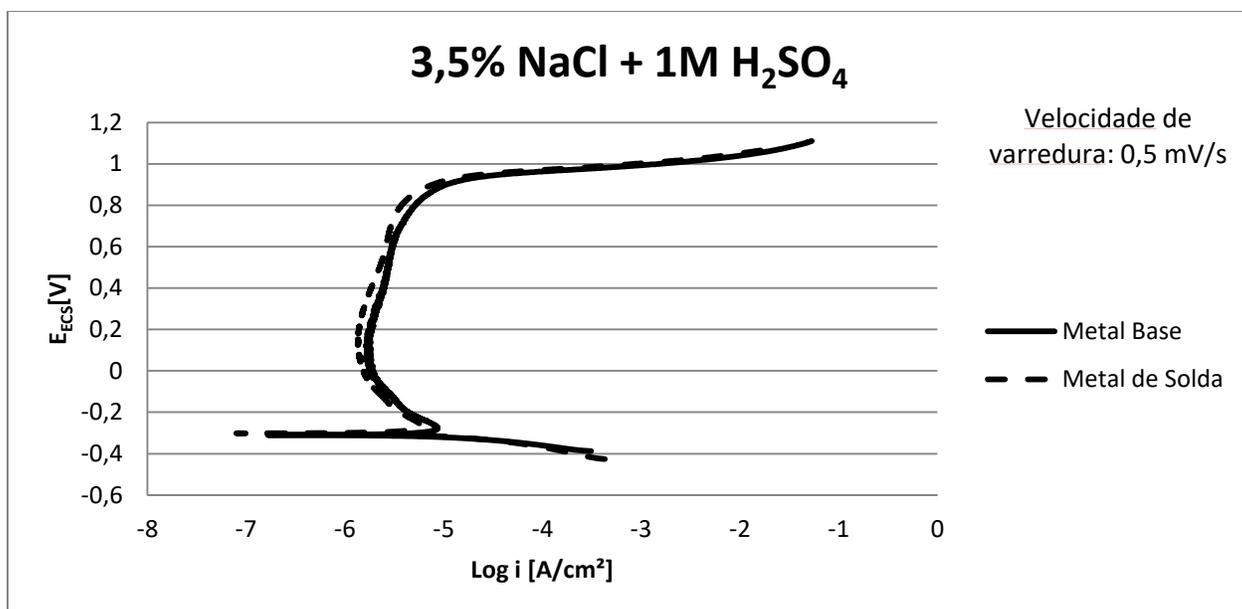


Figura 32. Curvas de polarização potenciodinâmicas obtidas em diferentes regiões da junta soldada de Inconel 625 (Metal Base e Metal de Solda) em solução de 3,5% NaCl + 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (pH = 0,32). Ensaio sem agitação, à temperatura ambiente e solução desaerada com nitrogênio por 2 horas. Varredura de -300 mV até +1200 mV VS. OCP com velocidade de varredura de 0,5 mV/s.

	$E_{\text{corr}}$ [V <sub>ECS</sub> ]	$i_{\text{corr}}$ [A/cm <sup>2</sup> ]	$E_{\text{evo O}_2}$ [V <sub>ECS</sub> ]	$E_{\text{transpassividade}}$ [V <sub>ECS</sub> ]
Metal Base	-0,31	$7,94 \times 10^{-6}$	0,83	maior que o de evolução de O <sub>2</sub>
Metal de Solda	-0,31	$5,75 \times 10^{-6}$	0,82	maior que o de evolução de O <sub>2</sub>

Tabela 7. Resultados de  $E_{\text{corr}}$  e  $i_{\text{corr}}$  obtidos pela extrapolação das retas de Tafel e valores de  $E_{\text{transp}}$  e  $E_{\text{evo O}_2}$  extraídas das curvas de polarização potenciodinâmicas em solução de 3,5% NaCl + 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> e pH 0,32.

A solução ácida contendo cloreto (3,5% NaCl + 1M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) apresenta os maiores valores de densidade de corrente de corrosão ( $i_{\text{corr}}$ ), tanto para o metal base como para o metal de solda

(Tabela 7), porque, devido ao baixo valor de pH, é, provavelmente, o meio mais agressivo estudado nesse trabalho. Nessa solução, as curvas mostram uma zona de ativação (remoção do filme da superfície) e passivação (formação de um filme passivo), em um potencial característico chamado de potencial de Flade, como já encontrado para o Inconel 625 por outros autores [82].

Os resultados da Figura 32 foram obtidos utilizando uma solução ácida (pH =0,32). Assim, com base no diagrama de Pourbaix (Figura 7), pode-se perceber que acontece primeiro a reação de oxigênio (Equação 2) e, posteriormente, a reação do cromo (Equação 1). O potencial de evolução de oxigênio, portanto, é mais baixo do que o potencial de transpassividade. No entanto, é provável que as duas reações se somem em potenciais elevados (aproximadamente 1  $V_{ECS}$ ), já que há um brusco aumento de corrente na curva de polarização e as amostras apresentaram aspectos de corrosão generalizada logo após esse ensaio. Isso pode ter sido ocasionado por transpassividade, que é prevista pelo diagrama de Pourbaix, visto que as correntes passivas e, mesmo as da zona de ativação, são baixas para causar a dissolução superficial, observada na amostra após o ensaio. Além disso, a morfologia do ataque nessa amostra em meio ácido, assemelha-se as obtidas em soluções neutras, onde não há a presença de zona ativa na curva de polarização.

O metal base e o metal de solda apresentaram, segundo os resultados obtidos nas curvas potenciodinâmicas, comportamentos similares quanto à corrosão em cada um dos meios estudados nesse trabalho. Isso demonstrou que o metal de solda, formado pelo eletrodo ENiCrMo3, diluído com o metal de base, apresenta, assim como a superliga de níquel Inconel 625, excelente resistência à corrosão. Assim, mesmo contendo uma microestrutura bruta de solidificação (Figura 22 e)), a composição química da alma do eletrodo garante um bom desempenho frente à corrosão quando diluída ao metal base (metal de solda) nesses meios contendo cloreto, enxofre e com pH ácido, à temperatura ambiente. Em todos os meios estudados, as correntes passivas e as de corrosão foram na ordem de microampère por centímetro quadrado ( $\mu A/cm^2$ ) ou menores.

A partir das curvas potenciodinâmicas (Figura 30, Figura 31 e a Figura 32), não foi possível identificar corrosão localizada por pite. A corrosão por pites só é possível de ser verificada em curvas de polarização, se o potencial de pite estiver abaixo do potencial de

evolução de oxigênio e do potencial de transpassividade. Logo, a única inferência que se pode retirar nesses casos é de que a junta soldada apresenta alta resistência à corrosão do tipo pite para as temperaturas e potenciais estudados. Entretanto, são necessários outros tipos de testes para melhor caracterizar o comportamento referente à resistência à corrosão localizada.

O potencial em que ocorre a reversão da reação do oxigênio é dependente do pH [29], como pode ser observado na Figura 7. Logo, o valor do potencial de evolução de oxigênio encontrado na Tabela 7 (solução ácida de pH 0,35) é maior do que os encontrados na Tabela 5 e na Tabela 6 (soluções neutras de pH 6,5).

Os resultados obtidos com as curvas de polarização potenciodinâmica (Figura 30, Figura 31 e a Figura 32) indicam que a solda obtida pela técnica de soldagem a arco com eletrodo revestido ENiCrMo-3 apresenta excelente resistência à corrosão, mesmo tendo sido observada uma microestrutura dendrítica, com a presença de precipitados na região interdendrítica, em quantidades bem superiores a encontrada no metal de base (Figura 22, Figura 27 e Figura 28).

### 5.2.3.2 Resistência à Corrosão por Pites

#### 5.2.3.2.1 Caracterização do Potencial de Pite ( $E_{\text{pite}}$ )

A Figura 33 mostra as varreduras anódicas cíclicas realizadas no metal base e no metal de solda, nas regiões mostradas na Figura 17, para a avaliação da resistência à corrosão por pites da junta soldada. Em tais testes foram avaliados os valores do potencial de pite ( $E_{\text{pite}}$ ) e os valores de corrente desenvolvidos no caminho reverso. Esses ensaios foram realizados com base na norma ASTM G61-83 [66].

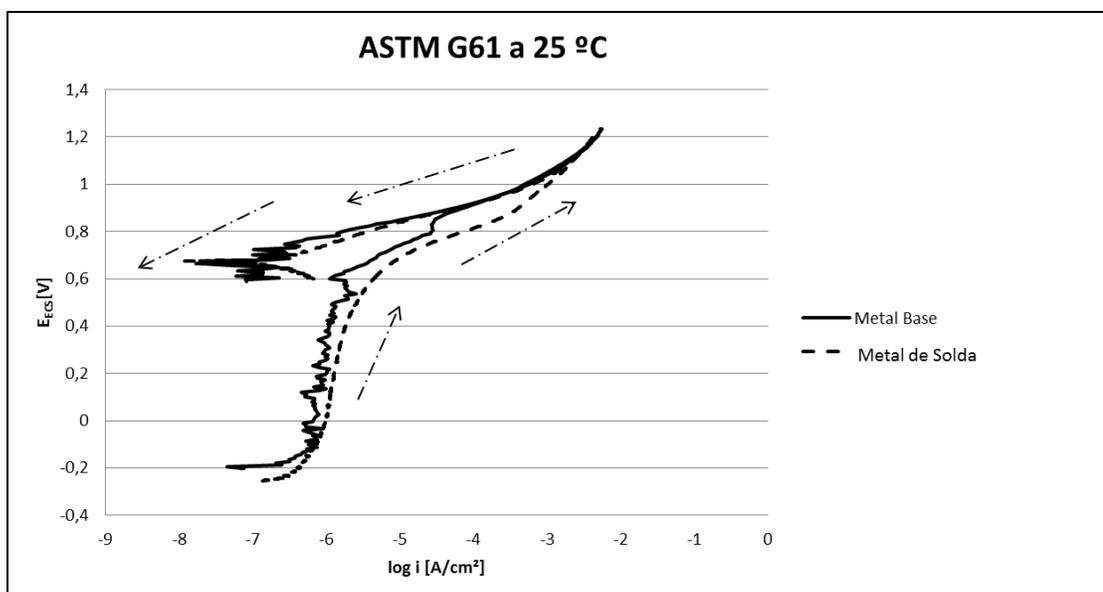


Figura 33. Varreduras anódicas cíclicas baseadas na norma ASTM G61-83 [66]. Curvas obtidas em duas regiões da junta soldada de Inconel 625 (Metal Base e Metal de Solda) em solução de 3,5% NaCl (pH 6,5) e solução normalmente arejada. Ensaio sem agitação e à temperatura ambiente. Varredura partindo do OCP até o vértice de 5 mA/cm<sup>2</sup> e voltando até o OCP com velocidade de varredura de 0,1667 mV/s.

Assim como nos resultados de polarização potenciodinâmica em meio contendo somente cloreto (Figura 30), a Figura 33 também mostra que, para ambas as regiões analisadas, as correntes passivas foram na ordem de microampère por centímetro quadrado ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ), as densidades de corrente de corrosão ( $i_{\text{corr}}$ ) foram bem próximas, os potenciais de corrosão ( $E_{\text{corr}}$ ) foram levemente deslocados, os potenciais de evolução de oxigênio e os potenciais de transpassivação foram praticamente os mesmos entre as regiões. Isso porque ambas as soluções são de 3,5% NaCl, sendo que, nesse caso, foram empregadas algumas variáveis de varredura diferentes para se ajustar a norma empregada.

Entretanto, ao realizar o caminho inverso (varredura reversa), já que a varredura de ida estava limitada pela corrente de 5 mA/cm<sup>2</sup>, as correntes se desenvolveram em valores menores do que as correntes da varredura anódica, indicando que não houve corrosão por pites nas condições utilizadas nesse ensaio. Se tivesse ocorrido corrosão localizada por pites, as correntes obtidas na varredura inversa seriam maiores do que as da ida. A corrosão por pites leva a uma

despassivação localizada, na qual é auto catalítica e, por conseguinte, gera elétrons e gera o processo corrosão localmente. Tal acontecimento conduz a voltametria reversa para valores de corrente superiores aos da ida até a nova repassivação dos pites gerados (chamado potencial de repassivação).

Essa técnica vem sendo estudada [68], [69], [91]–[93] para avaliar a resistência à corrosão por pites em superligas e em aços inoxidáveis duplex, sendo discutidos os valores de potenciais nos quais acontece corrosão por pites ( $E_{\text{pite}}$ ) e as correntes desenvolvidas na volta. Agüero [68] relatou que os revestimentos obtidos com superliga de níquel 625, sobre aço carbono, soldados com a técnica MIG-Pulsado, são mais resistentes à corrosão localizada do que os revestimentos obtidos com a superliga 825. Tais resultados foram obtidos aplicando a norma ASTM G61-83 [66]. Os resultados encontrados pelo autor [68] mostram que os revestimentos de Inconel 625 não apresentam potencial de pite e que o caminho reverso se desenvolveu com correntes menores do que as da varredura anódica (ida). As curvas obtidas por Agüero [68] foram similares as encontradas na Figura 33, mostrando ser essa superliga altamente resistente à corrosão por pites na temperatura de estudo.

O alto potencial de corrosão por pites ( $E_{\text{pite}}$ ) das superligas Inconel 625 está associado a sua composição química (Tabela 2). A presença do elemento químico molibdênio (Mo) em alta quantidade (9% em peso) confere a essas ligas uma excelente resistência à corrosão por pites e por frestas [41] e [51]. Tal excelência se dá, provavelmente, devido ao efeito estabilizador do ligante molibdênio na formação de camada passiva e, no estado ativo, à capacidade do Mo para promover a passivação de uma superfície de corrosão sem a presença do filme passivo [41], [51].

O metal de solda, formado pela fusão do eletrodo ENiCrMo-3 diluído com o metal base constituído pelo Inconel, apresenta resistência à corrosão por pites similar a do metal base, como pode ser visto na Figura 33. O potencial de pite ( $E_{\text{pite}}$ ) deve estar acima do potencial de transpassividade e do potencial de evolução de oxigênio, impossibilitando a determinação do potencial de pite para esse sistema. Esse fato está também associado a composição química da alma do eletrodo revestido ENiCrMo-3 (Tabela 3), o qual também contém alta concentração, em peso, de molibdênio (8 – 10%). Cabe ressaltar que, mesmo sendo uma microestrutura bruta de

solidificação contendo mais precipitados (Figura 22 e Figura 27), o comportamento de ambas curvas, metal de base e metal de solda, foram similares (Figura 33).

Em prol de caracterizar a resistência à corrosão por pites da junta soldada Inconel-Inconel ainda com ensaios dinâmicos mas em outras temperaturas, foram realizados ensaios eletroquímicos de varredura anódica cíclica a 90 °C, também baseado na norma ASTM G61-83 [66]. A Figura 34 mostra as curvas obtidas para os testes com essa modificação da temperatura de ensaio.

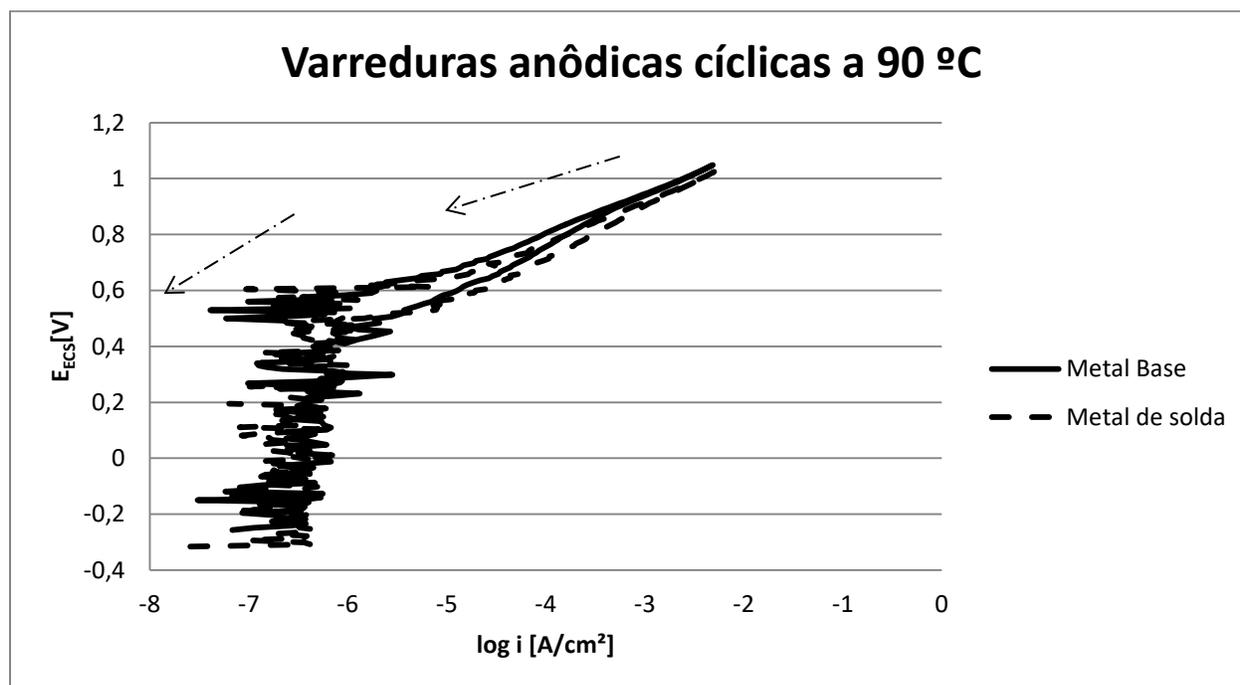


Figura 34. Varreduras anódicas cíclicas baseadas na norma ASTM G61-83 [66] com modificação na temperatura de ensaio. Curvas obtidas em duas regiões da junta soldada de Inconel 625 (Metal Base e Metal de Solda) em solução de 3,5% NaCl (pH= 6,5) e solução normalmente arejada. Ensaios sem agitação e à 90 °C. Varredura partindo do OCP até o vértice de 5 mA/cm<sup>2</sup> e voltando até o OCP com velocidade de varredura de 0,1667 mV/s.

É sabido [37], [45] de modo geral que quanto maior a temperatura, menor é o potencial de pite e, conseqüentemente, menor a resistência à corrosão por pites do material naquelas circunstâncias. Portanto, esse teste foi pensado de maneira a facilitar a nucleação e propagação

da corrosão localizada por pites, de modo a estudar o comportamento da junta soldada em condições mais severas quanto à corrosão por pites.

Pode-se notar (Figura 34) que, mesmo a 90 °C, a superliga de níquel Inconel 625 apresenta uma excelente resistência à corrosão por pites, pelo menos pela técnica de polarização potenciodinâmica com elevada taxa de varredura relativamente. Esse comportamento também é observado para o metal soldado (Figura 34). Cabe salientar que esse resultado está baseado no fato de o potencial de pite ( $E_{\text{pite}}$ ) não ter sido atingido e a varredura reversa ter desenvolvido correntes menores do que as correntes de ida, mesmo o eletrólito estando aquecido a 90 °C.

Observando a Figura 33 e a Figura 34, pode-se inferir, em termos de potencial de corrosão por pites ( $E_{\text{pite}}$ ) da junta soldada Inconel-Inconel do presente trabalho, que a composição química influencia mais do que a morfologia, pelo menos empregando a técnica de voltametria potenciodinâmica, já que ambas regiões analisadas, possuem morfologia estrutural distintas, como já comentado anteriormente, (conforme Figura 17) e apresentaram  $E_{\text{pite}}$  mais eletropositivo do que o potencial de evolução de oxigênio e o potencial de transpassivação, mesmo em condições mais agressivas em termos de temperatura (Figura 34). Como ambas as regiões da junta soldada apresentam similaridades na composição química (Tabela 2 e Tabela 3), portanto, pode-se dizer que tal resultado pode ser mais dependente da composição química, do que da morfologia em ensaios de curta duração.

Trindade et. al [24] estudaram o mecanismo de falha induzido pelo hidrogênio (com  $\text{H}_2\text{S}$ ) em um revestimento de Inconel 625 sobre aço de baixa liga e alta resistência API 5CT e concluíram que o revestimento, que foi depositado por soldagem a laser, revela ser uma excelente proteção para o aço API, uma vez que não foi observada nenhuma quebra e nenhum pite após exposição à corrosão de acordo com o padrão NACE TM0284.

É sabido [30], [36], [39], [40] que os elementos cromo (Cr), molibdênio (Mo), níquel (Ni) e nitrogênio (N) são exemplos de elementos de liga que podem aumentar o potencial de pite das ligas, normalmente por sua participação na formação do filme superficial protetor. Portanto, a presença desses elementos na composição química do metal base e no metal soldado pode garantir elevado potencial de pite para a junta soldada.

### 5.2.3.2.2 Resistência à Corrosão por Pite por Teste de Imersão

Como não foi encontrado o potencial de pite ( $E_{\text{pite}}$ ) nos ensaios acima (Figura 33 e Figura 34), foram realizados ensaios de maior duração, colocando em imersão por 72 horas a 50 °C em solução de 6% cloreto férrico ( $\text{FeCl}_3$ ), com base no teste método A da norma ASTM G48-03 [67], para averiguar a resistência à corrosão por pites da junta soldada em comparação ao metal de base.

O ensaio consistiu em deixar a junta soldada imersa por 72 h em solução de 6% cloreto férrico ( $\text{FeCl}_3$ ) a 50 °C, sem aplicação de potencial. O potencial de circuito aberto (OCP) foi medido em intervalos de 1 hora durante todo o ensaio de imersão para que pudesse ser monitorado o potencial que se encontra a amostra e depois associá-lo com o possível aparecimento de pites avaliando a dependência do tempo para esse tipo de processo corrosivo na junta estudada. Em seguida após o término do ensaio, foram realizadas caracterizações visuais por microscopia óptica para verificação da ocorrência de pites. Essa inspeção pós testes foi realizada de maneira minuciosa, para que toda a região imersa fosse analisada e para que todos os pites identificados fossem caracterizados.

Foram encontrados pites em ambas regiões da junta (metal base e metal de solda) e os resultados obtidos são mostrados na Tabela 8. Como parâmetros para a caracterização dos pites encontrados nas amostras analisadas, foram utilizados o diâmetro médio dos pites e a densidade de pites em cada região.

	<b>Diâmetro médio dos pites [<math>\mu\text{m}</math>]</b>	<b>Densidade de pites [<math>\text{n}^\circ\text{pites.cm}^{-2}</math>]</b>
Metal Base	$27,4 \pm 5,7$	$11,2 \pm 2,3$
Metal de Solda	$26,7 \pm 8,6$	$27,4 \pm 4,1$

Tabela 8. Resultados obtidos do teste de imersão por 72 h na solução de 6% cloreto férrico a 50 °C, baseado na norma ASTM G48-03(67).

A Tabela 8 mostra que a região do metal de solda indica maior susceptibilidade à corrosão por pites do que a região do metal base, já que a densidade de pites encontrada na região soldada foi superior à densidade de pites encontrada na região do metal base. Esse

resultado pode estar associado a morfologia da região soldada (Figura 22, Figura 27 e Figura 28), posto que a microestrutura dendrítica e os precipitados encontrados na região entre as dendritas podem ter favorecido a nucleação e a propagação de pites nessa região. Outra observação que pode ser feita é que os pites são muito dependentes da temperatura e do tempo de exposição ao meio ou ao tempo de ensaio, já que nos ensaios rápidos de varredura, esse tipo de corrosão não foi observado, mesmo para elevados potenciais.

Fases intermetálicas, microporos, microsegregações podem ser iniciadores locais para a quebra do filme passivo [43], além da possibilidade de formação de micropilhas da matriz com os precipitados [30]. Portanto, a morfologia da região da solda, a qual apresenta inúmeros precipitados de Nb e Mo, pode levar a formação de um filme de óxido local menos resistente do que o filme protetor que se formou no metal base. Essa possível falha na formação da película protetora pode ter sido o suficiente para os íons agressivos atacassem localmente, e, assim, nuclearem os pites, em maior número, na região soldada.

Segundo a norma ASTM 46-94 [94], que normatiza a avaliação dos pites, seis variações de formas de pites podem ser encontradas: estreito profundo, elíptico, amplo superficial, subsuperficial, cortado por baixo da superfície e pela orientação microestrutural. Entretanto, como não foi realizada uma caracterização da secção transversal dos pites, não foi possível constatar quais formas de pites foram encontradas na junta soldada. O que se conseguiu analisar com a microscopia óptica de topo realizada, é que ambas regiões apresentaram as mesmas formas de pites. A Figura 35 a) mostra um pite com topografia circular encontrado na região do metal base. A Figura 35 b) mostra que, na mesma região, foram também encontrados pites com morfologia acircular. Ademais, as mesmas formas foram encontradas no metal de solda: a Figura 36 a) mostra pites circulares e a Figura 36 b) mostra pites acirculares encontrados no metal de solda.

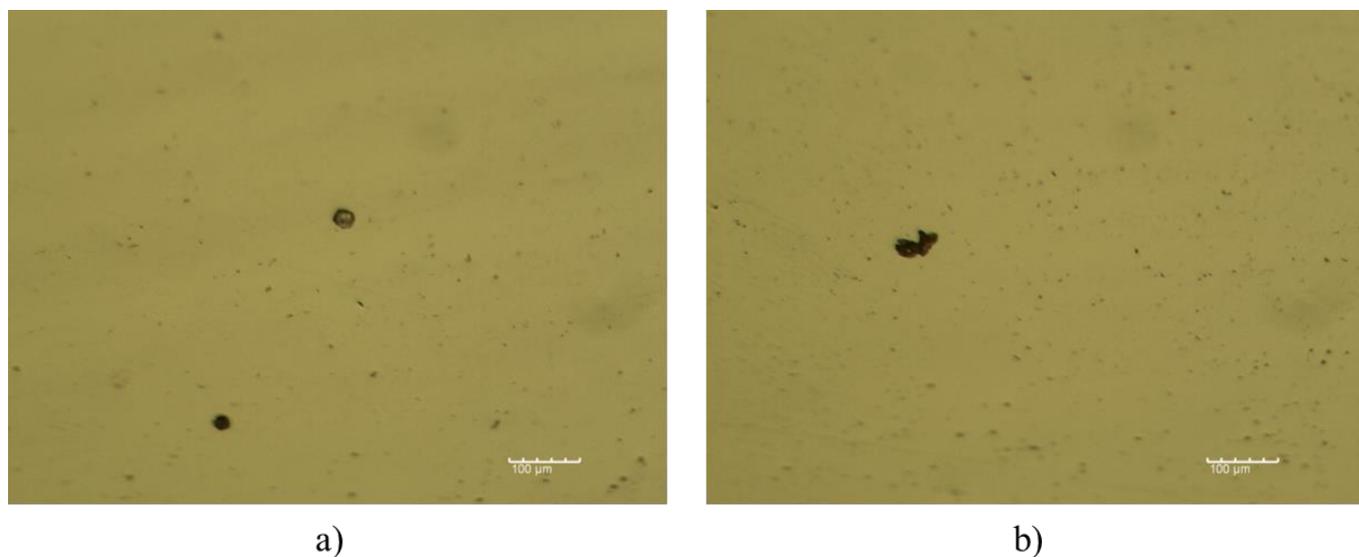


Figura 35. Morfologia dos pites encontrados no metal base proveniente do ensaio de imersão. a) pite circular; e b) pite acircular.

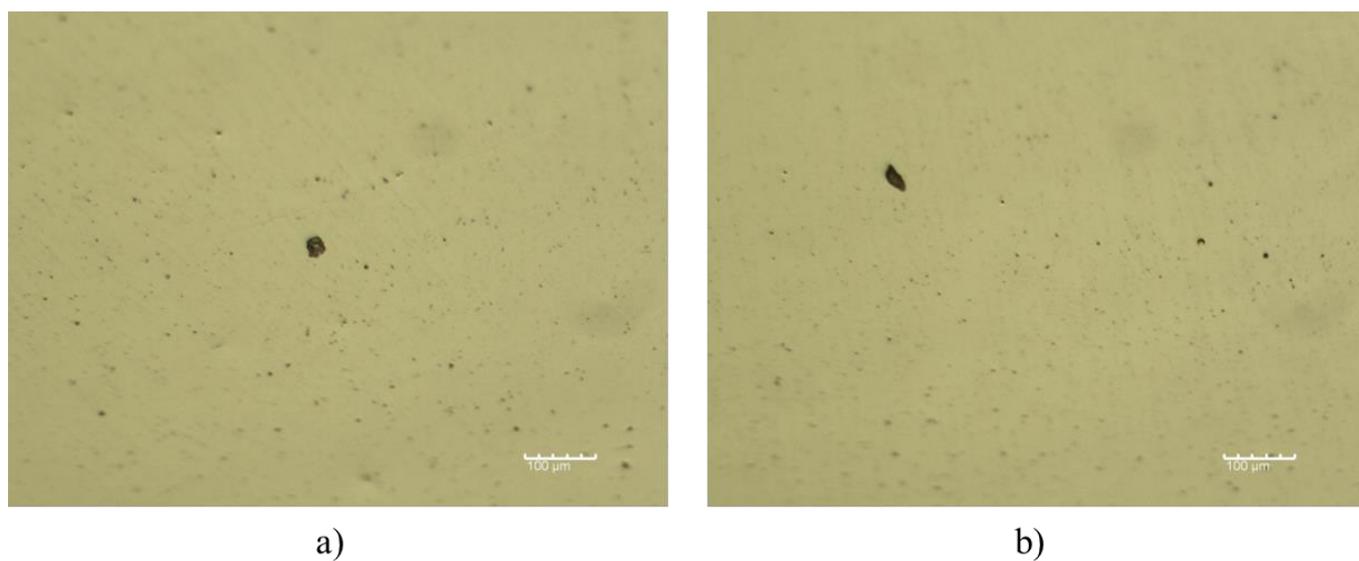


Figura 36. Morfologia dos pites encontrados no metal de solda proveniente do ensaio de imersão. a) pite circular; e b) pite acircular.

O potencial de circuito aberto (OCP) que foi monitorado durante todo ensaio não apresentou significativas variações de valores. O OCP inicial medido foi de  $+407 \text{ mV}_{\text{ECS}}$  e o OCP final medido foi de  $+475 \text{ mV}_{\text{ECS}}$ . O valor médio do potencial medido foi de  $+447 \text{ mV}_{\text{ECS}}$  com  $\pm 29 \text{ mV}$  de desvio padrão. Assim, não pode se afirmar que o valor do potencial de pite

( $E_{\text{pite}}$ ) seja esse, mas pode-se inferir que a corrosão localizada tipo pite pode ser dependente do tempo que a junta soldada de Inconel 625 fica exposta a solução de 6% cloreto férrico a 50 °C, já que foi observada a ocorrência de pites (Figura 35 e Figura 36) no teste de longa duração.

A norma ASTM G61-83 [66] normatiza ensaios de polarização potenciodinâmica cíclica para estudar susceptibilidade à corrosão localizada de ligas a base de ferro, níquel e cobalto. Esse ensaio é rápido, reprodutivo e de fácil interpretação. Para as superligas de níquel altamente resistentes à corrosão por pites, entretanto, esse método não é indicado, visto que o potencial de pite ( $E_{\text{pite}}$ ) pode estar acima da reação de transpassividade e da reação de evolução de oxigênio, impedindo a determinação do potencial de pite desse sistema. Já o método A da norma ASTM G48-03 [67], mesmo sendo mais difícil de ser aplicado e o meio não sendo parte dos meios usuais em relação aos sistemas em que essa liga estará exposta, possibilitou estudar, de forma comparativa, a resistência à corrosão por pites, do metal de base e da junta soldada de Inconel 625. Essa constatação deve-se ao fato dos resultados baseados na norma ASTM G61-83 [66] (Figura 33 e Figura 34) mostrarem que tanto o metal base quanto o metal de solda apresentam excelente resistência à corrosão por pites, já que o  $E_{\text{pite}}$  não foi encontrado em ambas regiões. Em contrapartida, os resultados baseados na norma ASTM G48-03 [67], de maior duração, constataram que o metal de solda aparenta maior susceptibilidade à corrosão por pites do que o metal base (Tabela 8), já que a densidade de pites encontrada na região soldada foi superior a densidade de pites encontrada na região do metal base. É possível que, sendo o tempo de varredura de potenciais pequeno, não há tempo suficiente para se desenvolver os processos de corrosão galvânica entre os precipitados e a matriz bem como os processos de fresta nas demais irregularidades e defeitos da zona fundida nos ensaios de polarização necessitando de ensaios de mais longa duração, como os baseados na norma ASTM G48-03 para que os pites possam ser observados. Ou seja, quando se faz varredura potencioestática é difícil observar o “fator galvânico”.

No trabalho de Trindade et. al [24], os autores também concluíram que, embora o substrato tenha demonstrado boa resistência à fragilização pelo hidrogênio, foram observados pites causados pela dissolução de inclusão não metálica em meio corrosivo.

### 5.2.3.3 Método Eletroquímico de Reativação Potenciodinâmica de Varredura Cíclica

A Figura 37 e a Figura 38 mostram as curvas obtidas pelo método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica. Esses resultados possibilitaram o estudo da junta soldada de Inconel 625 quanto à susceptibilidade à corrosão localizada. Os ensaios foram realizados tanto no metal base como no metal de solda, como já ilustrado pela Figura 17.

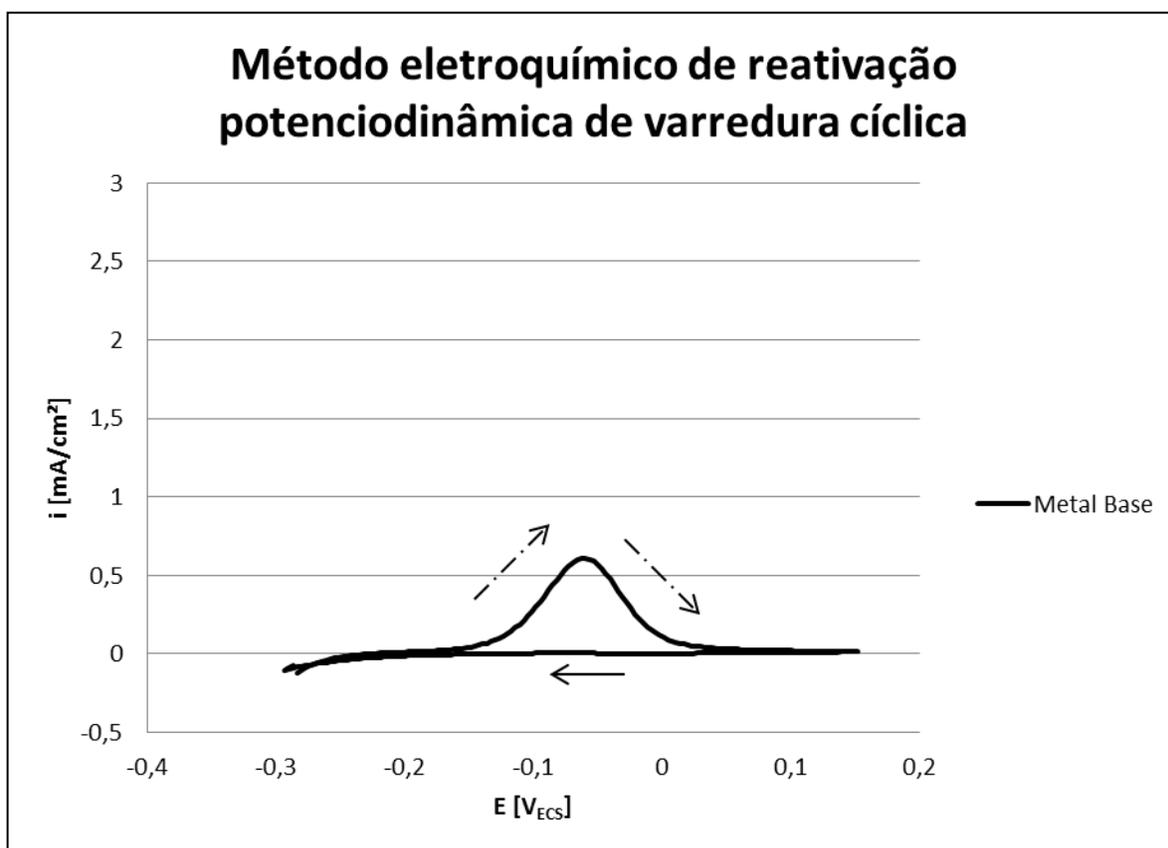


Figura 37. Curva obtida aplicando o método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica. A curva foi obtida para o metal base da junta soldada de Inconel 625 em solução de 146 mL/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 120 mL/L de HCl + 97 mg/L de KSCN + 734 mL/L água deionizada (pH aproximadamente 0,1). Ensaio realizado em temperatura ambiente com varredura partindo de -100 mV vs. OCP até o vértice de +150 mV vs. ECS e voltando até -100 mV vs. OCP com velocidade de varredura de 1,667 mV/s.

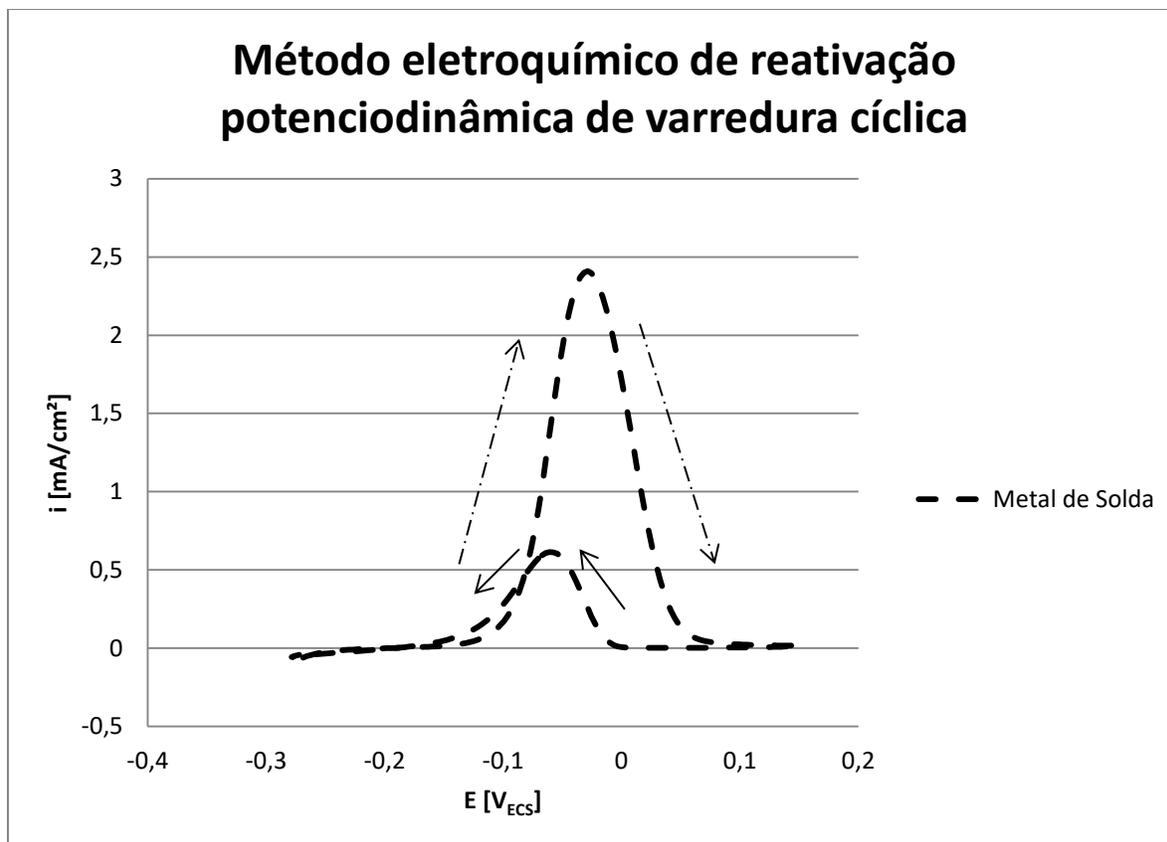


Figura 38. Curva obtida aplicando o método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica. A curva foi obtida do metal de solda da junta soldada de Inconel 625 em solução de 146 mL/L de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 120 mL/L de HCl + 97 mg/L de KSCN + 734 mL/L água deionizada. Ensaio realizado em temperatura ambiente com varredura partindo de -100 mV vs. OCP até o vértice de +150 mV vs. ECS e voltando até -100 mV vs. OCP com velocidade de varredura de 1,667 mV/s. O pH da solução é de aproximadamente 0,1.

As varreduras anódicas (idas), como indicadas pelas setas pontilhadas da esquerda para direita na Figura 37 e na Figura 38, apresentaram um potencial de Flade (pico de ativação), uma região de ativação (esquerda do pico) e uma região de passivação (direita do pico). Percebe-se que o pico de ativação (maior densidade de corrente na varredura anódica) do metal de solda é maior do que o pico de ativação do metal base, mostrando a maior tendência do metal de solda à dissolução no meio ensaiado.

As varreduras reversas (voltas), como indicadas pelas setas cheias da direita para esquerda na Figura 37 e na Figura 38, apresentaram um novo pico ativo (pico de reativação).

Esse nome “pico de reativação” é devido à superfície está sendo reativada, já que está passando de uma região passiva para uma região ativa. Percebe-se que o pico de reativação do metal de solda é maior do que o pico de reativação do metal base, já que o pico do MB foi praticamente nulo.

Alguns autores [9], [72], [78], [84], [95], para melhor interpretação dos resultados obtidos, fazem uma simples razão do pico de reativação pelo pico de ativação. Tendo em vista que os picos são as máximas densidades de corrente na ida ( $I_a$ ) e na volta ( $I_r$ ), se obtém a razão  $I_r/I_a$ . O valor obtido dessa divisão é multiplicado por 100 para obter um valor porcentual. Ademais, quanto maior for a relação  $I_r/I_a$ , maior é a susceptibilidade a corrosão localizada. Por outro lado, quanto menor for a relação  $I_r/I_a$ , menor é a susceptibilidade a corrosão localizada [9], [84].

Quando o potencial eletroquímico é alterado da região passiva para ativa (varredura reversa), um rápido aumento na densidade de corrente é provocado pela corrosão local que acontece nas regiões empobrecidas de elementos formadores do filme passivo [70]. Logo, quanto maior for a corrosão localizada nessas áreas empobrecidas, maior será o pico de reativação ( $I_r$ ) e, por conseguinte, maior será a relação  $I_r/I_a$ .

Nos aços inoxidáveis, a corrosão localizada intergranular ocorre devido à sensitização causada por uma fina região de empobrecimento de cromo. O Cr pode formar precipitados de  $Cr_{23}C_6$ , deixando de estar em solução sólida. Logo, a falta de cromo, mesmo que em pequenas regiões (entre os grãos), leva à sensitização do aço inoxidável, o tornando suscetível a corrosão localizada intergranular. No caso do Inconel 625, é sabido [9], [76], [84] que a sensitização pode ser causada por uma fina região de empobrecimento de molibdênio, devido à precipitação  $Mo_6C$ . Portanto, nos ensaios eletroquímicos de reativação potenciodinâmica de ciclo duplo, o aumento na densidade de corrente pode ser provocado pela corrosão local que acontece nas regiões empobrecidas de molibdênio.

A Tabela 9 apresenta os máximos valores de densidade de corrente na varredura anódica ( $I_a$ ) e os máximos valores de densidade de corrente na varredura reversa ( $I_r$ ) para cada região da junta analisada, e a Figura 39 apresenta os valores da relação  $I_r/I_a$  em forma de gráfico de barras.

	Metal Base	Metal de Solda
Ia	$8,34 \times 10^{-5}$	$3,27 \times 10^{-4}$
Ir	$2,71 \times 10^{-7}$	$8,26 \times 10^{-5}$
Ir/Ia	0,0032	0,253

Tabela 9. Resultados extraídos das curvas obtidas aplicando o método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica.

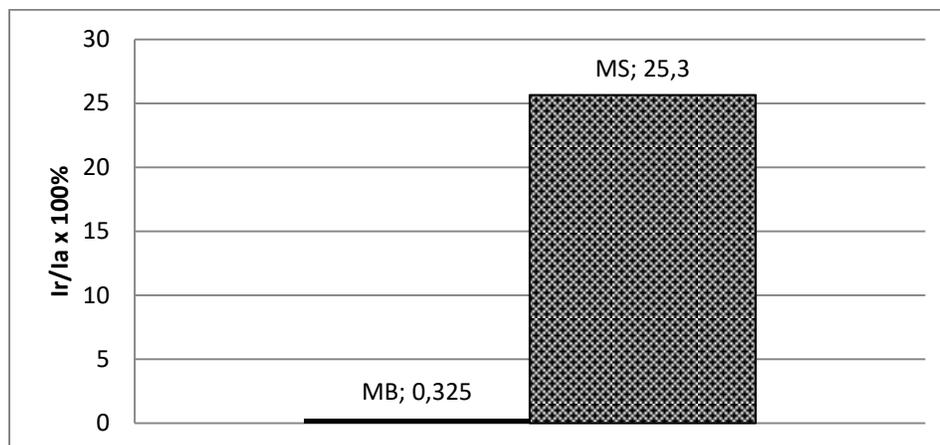


Figura 39. Resultados plotados dos valores extraídos das curvas obtidas aplicando o método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica.

Percebe-se, analisando a Figura 37, a Figura 39 e a Tabela 9, que o metal soldado apresenta maior suscetibilidade à corrosão localizada do que o metal base. Essa suscetibilidade pode estar associada à morfologia apresentada pela região do metal de solda (Figura 22, Figura 27 e a Figura 28). A microestrutura da região soldada apresenta precipitados de molibdênio e

nióbio em grande quantidade. Esses precipitados estão localizados nas regiões interdendríticas e de forma alinhada às dendritas. Tal particularidade pode ter deixado a junta soldada suscetível a corrosão nas regiões entre as dendritas, devido ao empobrecimento de Mo e de Nb ao redor desses precipitados ali presentes. Ou seja, a região de metal soldado apresenta microestrutura bruta de solidificação com a presença de precipitados de molibdênio e nióbio na região entre as dendritas, facilitando a corrosão localizada nas regiões interdendríticas. O metal base, por apresentar menor quantidade de precipitados e bem distribuídos ao longo de toda matriz, apresenta menor susceptibilidade à corrosão localizada. Os resultados do emprego desse método eletroquímico na determinação da susceptibilidade à corrosão localizada vai ao encontro dos resultados obtidos baseados na norma ASTM G48-03 em relação a distribuição e tamanho dos pites no metal base e no metal de solda.

Esse resultado está de acordo também com os resultados encontrados por Lackner et al. [9]. Comparando os resultados encontrados por esses autores [9] com os resultados obtidos no presente trabalho, se pode inferir que o metal soldado é tão susceptível à corrosão localizada quanto uma chapa de Inconel 625 sem solda, que sofreu tratamento térmico de sensitização a 750 °C por 10 horas. Ambos apresentaram Ir/Ia próximos a 25%. Essa comparação é possível pois foi realizada a mesma metodologia de ensaios em ambos trabalhos.

#### 5.2.3.4 Polarização Potenciodinâmica Cíclica

O método eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica foi realizado em uma específica faixa de potenciais. Então, para avaliar o comportamento frente à corrosão da junta soldada na solução agressiva desse método (146 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 120 mL de HCl, 97 mg de KSCN, 734 mL água deionizada), foram realizadas polarizações cíclicas com potencial de vértice 1,2 V<sub>ECS</sub>. A Figura 40 mostra as curvas de polarização cíclicas para ambas regiões da junta soldada. Antes de iniciar cada ensaio, o corpo de prova ficava 5 minutos em contato com a solução para padronizar as condições iniciais dos ensaios. Nesse tempo também foi medido o potencial de corrosão inicial de cada corpo de prova: -0,226 V<sub>ECS</sub> para o metal base e -0,211 V<sub>ECS</sub> para o metal de solda. Não foram observadas significativas variações para o valor de OCP entre as duplicatas e no valor de OCP durante os 5 minutos de medição.

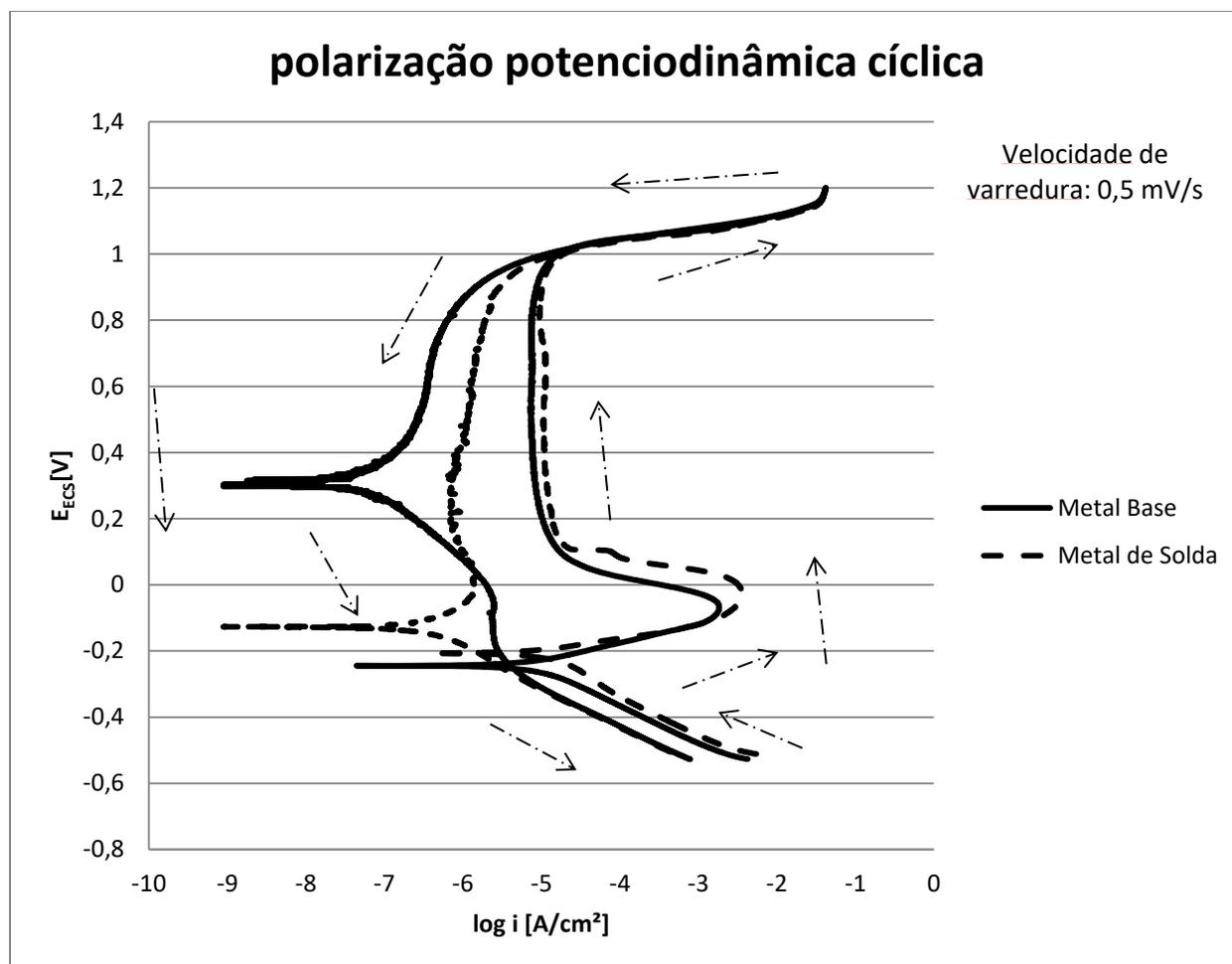


Figura 40. Curvas de polarização potenciodinâmica cíclica.

Na Figura 40 se observa que as reações catódicas apresentaram comportamento similares em ambas regiões da junta soldada. Já para as reações anódicas, se observa um aumento nas densidades corrente, devido à dissolução de metal, até que um valor máximo seja atingido (pico de ativação) onde os valores de densidades de corrente começam a diminuir abruptamente para um valor pequeno. Esse comportamento é devido à polarização potenciodinâmica e às reações na superfície de metal, como a dissolução e a formação de finos filmes de óxidos passivantes.

A Tabela 10 mostra os resultados obtidos pelas extrapolações das retas de Tafel realizadas nas curvas da Figura 40.

	Ida			Volta	
	$E_{\text{corr}} [\text{V}_{\text{ECS}}]$	$i_{\text{corr}} [\text{A}/\text{cm}^2]$	$E_{\text{trans}} [\text{V}_{\text{ECS}}]$	$E_{\text{corr}} [\text{V}_{\text{ECS}}]$	$i_{\text{corr}} [\text{A}/\text{cm}^2]$
Metal Base	-0,244	$1,44 \times 10^{-5}$	+0,97	+0,337	$3,63 \times 10^{-8}$
Metal de Solda	-0,217	$3,81 \times 10^{-5}$	+0,97	-0,125	$3,78 \times 10^{-7}$

Tabela 10. Resultados obtidos pela extrapolação das retas de Tafel extraídas das curvas de polarização potenciodinâmica cíclica.

Assim como nas Figura 37 e Figura 38, o pico de ativação para o metal de solda é maior do que o pico de ativação para o metal base, reafirmando a maior tendência do metal de solda à dissolução franca na zona de ativação. O metal de solda pode ser mais propenso a dissolução porque apresenta uma morfologia (Figura 22 e Figura 27) que dificulta a formação de óxidos na superfície, favorecendo a corrosão nessa solução ácida, conforme já extensivamente detalhado em discussão anterior. O valor dessa densidade de corrente máxima dá uma medida da facilidade de passivação. Quanto menor é o pico de ativação, mais fácil é a passivação e vice-versa [52]. Se pode inferir, portanto, que o metal de solda apresenta maior dificuldade na formação de um filme passivo na superfície, já que apresentou maior pico de ativação na Figura 40.

A região passiva, para ambas regiões da solda analisada, apresentaram correntes na ordem de microampères, caracterizando a presença de um filme passivo protetor na superfície, como pode ser visto na Figura 40. A dificuldade na formação de um filme passivo na superfície do metal de solda fica evidenciado na mesma figura, já que se pode observar que, mesmo estando na mesma ordem de grandeza, as correntes passivas do metal de solda são ligeiramente maiores.

Ao realizar o caminho reverso, se estabelece um novo potencial de corrosão e uma nova densidade de corrente. E como pode ser visto na Figura 40 e Tabela 10, o novo potencial de corrosão ( $E_{\text{corr}}$  Volta) do metal base é mais nobre (+0,337  $\text{V}_{\text{ECS}}$ ) do que o novo potencial de corrosão do metal de solda (-0,125  $\text{V}_{\text{ECS}}$ ) e a nova densidade de corrente ( $i_{\text{corr}}$  Volta) do metal base é menor ( $3,63 \times 10^{-8}$   $\text{A}/\text{cm}^2$ ) do que a nova densidade de corrente do metal de solda ( $3,78 \times 10^{-7}$   $\text{A}/\text{cm}^2$ ). O filme passivo formado no metal de base diminui cerca de 1000x a densidade de corrente de corrosão ( $i_{\text{corr}}$ ), enquanto o filme passivo formado no metal de solda diminui somente 100x a densidade de corrente de corrosão. Esse fato induz inferir que o filme passivo formado no

metal base é melhor constituído do que o filme passivo formado no metal de solda, ou seja, o metal de base apresenta melhor passivação que o metal de solda. Esse resultado pode estar associado à morfologia do metal soldado (Figura 22 e Figura 27) que, além de dificultar a formação do filme passivo, pode conferir imperfeições ao óxido constituído, deixando essa região da solda mais susceptível à corrosão do que a região do metal base, mesmo que ambas apresentem película protetora na superfície.

## 6.0 CONCLUSÕES

Com base nos ensaios realizados e nos resultados apresentados no presente trabalho, pode-se chegar às seguintes conclusões a respeito de uma junta soldada de Inconel 625 obtida pelo processo de soldagem por fusão a arco elétrico com o uso de eletrodo revestido ENiCrMo-3 quanto à morfologia estrutural, à dureza e à resistência à corrosão:

- A morfologia presente no metal base foi uma microestrutura austenítica de matriz níquel-cromo com a presença de precipitados contendo Nb, Mo e Ti. A zona afetada pelo calor apresentou similaridades morfológicas com MB, em torno de 3 a 5 mm de extensão e duas regiões distintas: região de crescimento de grão e a região de refino de grão. Já o metal de solda apresentou uma microestrutura dendrítica bruta de solidificação com alta quantidade de precipitados contendo Mo e Nb nas regiões interdendríticas;
- A soldagem a arco elétrico por eletrodo revestido alterou, de maneira pouco significativa, as propriedades mecânicas, representadas nesse trabalho. Essa conclusão está embasada nos valores apresentados nas medidas de dureza;
- Empregando as curvas de polarização potenciodinâmica, que são ensaios de curta duração, em ambientes próximos aos de possíveis aplicações na indústria do petróleo, os resultados mostraram que a junta soldada de Inconel 625, possivelmente, apresenta boa resistência à corrosão, muito próxima da resistência do metal de base;
- Os potenciais de pite ( $E_{\text{pite}}$ ) do metal base e do metal de solda são mais eletropositivos do que o potencial da reação de evolução de oxigênio e do potencial da reação de transpassividade, não sendo possível identificar tal valor com os resultados expostos nesse trabalho. Esse comportamento foi observado mesmo nos ensaios a 90 °C, mostrando a alta resistência ao pite da liga Inconel 625 mesmo na condição soldada em ensaios eletroquímicos de curta duração;
- O metal de solda se mostrou mais susceptível à corrosão por pites do que o metal base nos ensaios de longa duração por imersão em 6%  $\text{Fe}_3\text{Cl}$  a 50 °C por 72 horas;

- As curvas de polarização não se mostraram ensaios ideais para estudar processo de corrosão por pites, já que essa corrosão se mostrou mais dependente do tempo de ensaio e menos do potencial eletroquímico, na faixa de potenciais estudada nesse trabalho. Já os ensaios de imersão de longa duração se mostraram mais adequados do que os ensaios de polarização potenciodinâmica cíclica para a avaliação quanto à resistência à corrosão por pites da junta soldada de Inconel 625;
- Utilizando-se o ensaio eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica, observou-se que o metal de solda apresentou susceptibilidade à corrosão localizada maior do que apresentou o metal de base. Os precipitados de Nb e de Mo na região interdendrítica podem ter relação com esse comportamento, ocasionando sensitização interdendrítica no metal de solda;
- A polarização potenciodinâmica cíclica mostrou que o filme passivo formado no metal base é melhor constituído do que o filme passivo formado no metal de solda e constitui-se em um ensaio complementar ao ensaio eletroquímico de reativação potenciodinâmica de varredura cíclica, auxiliando no entendimento do comportamento eletroquímico do material estudado e
- Em relação as propriedades estudadas nesse trabalho, e os resultados obtidos, pode-se concluir que a técnica de soldagem por arco elétrico utilizando eletrodo revestido ENiCrMo-3 pode ser empregada satisfatoriamente na soldagem da superliga de níquel Inconel 625. Em relação a corrosão, deve-se levar em conta a maior suscetibilidade à corrosão localizada da zona fundida em relação ao metal de base.

## 7.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestão, esse estudo pode ser aprofundado e complementado com a realização dos seguintes trabalhos futuros:

1. Realização de junta solda dissimilar, como Inconel-Aço Carbono, Inconel-Aço Inoxidável;
2. Realização do processo de cladeamento;
3. Realização do processo de cladamento sobre Aço Carbono e posterior realização do processo de soldagem;
4. Realização de outros processos de soldagem, como MIG e MAG;
5. Realização de processo de soldagem de forma controlada: energia de soldagem, tensão, velocidade de solda, temperatura, temperatura inter-passes e
6. Realização de técnicas eletroquímicas em temperaturas elevadas (200 °C e 300 °C) para estudar o potencial de pite.

## 8.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ASM International, Metals Handbook, vol. 1. 1990.
- [2] I. Choudhury and M. El-Baradie, ‘Machinability of nickel-base super alloys: a general review’, J. Mater. Process. Technol., vol. 77, no. 1–3, pp. 278–284, 1998.
- [3] Metais & Ligas | Níquel. ‘Desenvolvimento, Propriedades e Aplicações das Superligas de Níquel: a) Desenvolvimento das Superligas de Níquel’, [online]: <http://www.infomet.com.br> [Acessado 20-Mar-2018].
- [4] R. R. Hasiguti and K. Tomabechi, ‘THE MATERIALS ASPECTS OF THE JT-60 DEVICE’, J. Nucl. Mater., vol. 123, no. 1984, pp. 1099–1106, 1985.
- [5] K. S. and Y. MURAKAMI, ‘THE EFFECT OF WALL MATERIALS ON HYDROGEN RECYCLING IN JT-60’, J. Nucl. Mater., vol. 121, pp. 254–263, 1984.
- [6] F. A. PUHN, ‘MATERIALS USED IN MODIFICATION OF DOUBLET III FOR A LARGE D-SHAPED VACUUM VESSEL’, J. Nucl. Mater., vol. 123, pp. 1121–1123, 1984.
- [7] ‘25 anos do desastre de Chernobyl: mitos e verdades da energia atômica’, 2011. [Online]: <http://www.tecmundo.com.br/energia/9897-25-anos-do-desastre-de-chernobyl-mitos-e-verdades-da-energia-atmica.htm>. [Acessado: 19-Mar-2018].
- [8] ‘Scopus’. [Online]: <http://www.scopus.com/>. [Acessado: 19-Mar-2018]
- [9] R. Lackner, G. Mori, R. Egger, F. Winter, M. Albu, and W. Grogger, ‘Sensitization of as Rolled and Stable Annealed Alloy 625’, BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte, vol. 159, no. 1, pp. 12–22, 2014.
- [10] A. Mortezaie and M. Shamanian, ‘International Journal of Pressure Vessels and Piping An assessment of microstructure , mechanical properties and corrosion resistance of dissimilar welds between Inconel 718 and 310S austenitic stainless steel’, vol. 116, pp. 37–46, 2014.

- [11] M. E. Pfingstag, I. L. Muller, and L. Schaeffer, 'Avaliação em relação à corrosão-fadiga de juntas soldadas da liga Inconel 625', vol. 22, pp. 64–69, 2010.
- [12] M. Shakil et al., 'Microstructure and hardness studies of electron beam welded Inconel 625 and stainless steel 304L', vol. 110, pp. 121–126, 2014.
- [13] C. C. Silva, C. Ramos, M. Afonso, A. J. Ramirez, M. F. Motta, and J. P. Farias, 'Aspectos Metalúrgicos de Revestimentos Dissimilares com a Superliga à Base de Níquel Inconel 625', vol. 17, pp. 251–263, 2012.
- [14] L. Y. Xu, M. Li, H. Y. Jing, and Y. D. Han, 'Electrochemical behavior of corrosion resistance of X65/inconel 625 welded joints', *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 8, no. 2, pp. 2069–2079, 2013.
- [15] Z. F. Yin, W. Z. Zhao, W. Y. Lai, and X. H. Zhao, 'Electrochemical behaviour of Ni-base alloys exposed under oil / gas field environments', *Corros. Sci.*, vol. 51, no. 8, pp. 1702–1706, 2009.
- [16] M. E. Pfingstag, 'Avaliação do comportamento à fadiga e à corrosão-fadiga de juntas soldadas da liga Inconel 625, como material de interesse para a indústria petrolífera', Universidade Federal do Rio Grande do Sul (PPGEM 3M - UFRGS), 2009.
- [17] L. SMITH, *Engineering with CLAD STEEL*, 2<sup>a</sup> edição. 2012.
- [18] C. . Brandolt, 'Revestimentos de Níquel e Cobalto Aplicados por Aspersão Térmica por Chama Hipersônica (HVOF) em Aço API 5CT P110', Universidade Federal do Rio Grande do Sul (PPGEM 3M - UFRGS), 2014.
- [19] K. S. Niaz A, 'A Comprehensive Pitting Study of High Velocity Oxygen Fuel Inconel 625 Coating by Using Electrochemical Testing Techniques', *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 25, no. 1, pp. 280–289, 2016.
- [20] Special metals, 'INCONEL alloy 625', Technical Report Publication Number SMC-063, 2006.
- [21] F. Xu, Y. Lv, Y. Liu, F. Shu, P. He, and B. Xu, 'Microstructural Evolution and

- Mechanical Properties of Inconel 625 Alloy during Pulsed Plasma Arc Deposition Process', *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 29, no. 5, pp. 480–488, 2013.
- [22] C. R. REED, 'The Superalloys: Fundamentals and Applications.', Cambridge University Press, 2006.
- [23] Special metals, 'INCONEL® ALLOYS 625', Copyright© Special Metals Corporation, 2013 (Ago. 13)
- [24] G. L. de Faria. e M. S. F. de Lima. V. B. Trindade, N. C. Almeida, L. C. Cândido, 'Evaluation of hydrogen-Induced cracking resistance of the In625 laser coating system on a C-Mn steel substrate', *Metall. Mater.*, vol. 70, no. 2, pp. 181–186, 2017.
- [25] J. Eiselstein, L. H. e Gadbut, 'Matrix-Stiffened Alloy', US 3,160,500, 1964.
- [26] N. de Medeiros, 'Evolução Microestrutural da Superliga de Inconel 718 Após Envelhecimento a 750°C', in XVII Congresso Brasileiro de Ciência dos Materiais - CBECIMAT, 2006.
- [27] L. X. Wang, C. J. Song, F. M. Sun, L. J. Li, and Q. J. Zhai, 'Microstructure and mechanical properties of 12 wt.% Cr ferritic stainless steel with Ti and Nb dual stabilization', *Mater. Des.*, vol. 30, no. 1, pp. 49–56, 2009.
- [28] M. van Warmelo, D. Nolan, and J. Norrish, 'Mitigation of sensitisation effects in unstabilised 12%Cr ferritic stainless steel welds', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 464, no. 1–2, pp. 157–169, 2007.
- [29] V. Gentil, *Corrosão*, 3ª Edição. 1996.
- [30] E. Gemelli, *Corrosão de Materiais Metálicos e Sua Caracterização*. 2001.
- [31] J. R. Galvele and S. M. de De Micheli, 'Mechanism of intergranular corrosion of Al-Cu alloys', *Corros. Sci.*, vol. 10, no. 11, pp. 795–807, 1970.
- [32] ASM Metals Park, Ed., *Metals Handbook*, 9ª edição. Ohio: volume 3, 1987.
- [33] P. BERANGER, C.; BAROUX, B.; LACOMBE, *Les aciers inoxydables*, Les editio. 1990.

- [34] A. Van Bennekom, F. Wilke, and D. Siegen, 'Comparison between Stabilised and Low Carbon Austenitic Stainless Steels'.
- [35] M. Terada, M. Saiki, I. Costa, and A. F. Padilha, 'Microstructure and intergranular corrosion of the austenitic stainless steel 1.4970', *J. Nucl. Mater.*, vol. 358, no. 1, pp. 40–46, 2006.
- [36] T. P. Hoar, 'The production and breakdown of the passivity of metals', *Corros. Sci.*, vol. 7, no. 6, pp. 341–355, 1967.
- [37] Z. Szklarska-Smialowska, 'Pitting corrosion of metals', *Assoc. Corros. Eng.*, 1986.
- [38] G. S. Frankel, 'Pitting corrosion of metals a review of the critical factors.', *J. Electrochem. Soc.*, vol. 145, no. 6, pp. 2186–2198, 1998.
- [39] G. C. Wood, J. A. Richardson M. F. Abd Rabbo, L. B. Mapa and W. H. Sutton, Robert P., 'Passivity of metals', *Electrochem. Soc. Princeton, NJ*, p. 646, 1978.
- [40] A. J. Sedriks, 'Effects of Alloy Composition and Microstructure on the Passivity of Stainless Steels', *Corrosion*, vol. 42, no. 7, pp. 376–389, 1986.
- [41] T. J. Mesquita, E. Chauveau, M. Mantel, N. Kinsman, and R. P. Nogueira, 'Influence of Mo alloying on pitting corrosion of stainless steels used as concrete reinforcement', *REM R. Esc. Minas*, vol. 66, no. 2, pp. 173–178, 2013.
- [42] A. C. Lloyd, J. J. Noël, S. McIntyre, and D. W. Shoesmith, 'Cr, Mo and W alloying additions in Ni and their effect on passivity', *Electrochim. Acta*, vol. 49, no. 17–18, pp. 3015–3027, 2004.
- [43] R. S. Dutta and R. Tewari, 'Microstructural and corrosion aspects of alloy 690', *Br. Corros. J.*, vol. 34, no. 3, pp. 201–205, 1999.
- [44] B. Y. J. N. Dupont, 'Microstructural Development and Solidification Cracking Susceptibility of a Stabilized Stainless Steel', *Weld. J.*, vol. 78, no. 7, pp. 253–263, 1999.
- [45] G.S. Frankel, 'Pitting corrosion of metals a review of the critical factors', *J. Electrochem. Soc.*, vol. 145, p. 2186–2198., 1998.

- [46] X. Tang, S. Wang, D. Xu, Y. Gong, J. Zhang, and Y. Wang, 'Corrosion behavior of ni-based alloys in supercritical water containing high concentrations of salt and oxygen', *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 52, no. 51, pp. 18241–18250, 2013.
- [47] P. Kritzer, N. Boukis, and E. Dinjus, 'Corrosion of Alloy 625 in Aqueous Solutions Containing Chloride and Oxygen', *Corrosion*, vol. 54, no. 10, pp. 824–834, 1998.
- [48] R. W. Revie and H. H. Uhlig, 'Corrosion and corrosion control', 3<sup>a</sup> edição. New York, 1985.
- [49] J. Benard, J., Michel A., Philibert, J. Talbot, 'La Corrosion Electrochimique', in *Métallurgie Générale*, 2<sup>a</sup> edição., Masson, Ed. Paris, 1991, p. 395.
- [50] M. Watson, J. Postlethwaite, 'Numerical simulation of crevice corrosion of stainless steels and nickel alloys in chloride solutions.', *Corrosion*, vol. 46, no. 7, pp. 522–530, 1990.
- [51] S. J. Mulford, 'CREVICE CORROSION BEHAVIOUR OF NICKEL BASED ALLOYS', no. June, 1985.
- [52] J.G.N. Thomas (ed. G. Hinds), 'THE ELECTROCHEMISTRY OF CORROSION', NPL Online Corrosion Guide. [Online]. <http://www.npl.co.uk/upload/pdf/electrochemistry-ofcorrosion.pdf>.
- [53] M. Pourbaix, *Atlas of electrochemical equilibria in aqueous solutions*. 1974.
- [54] P. J. Modenesi, P. V. Marques, and D. B. Santos, 'Introdução à metalurgia da soldagem.' Belo Horizonte, MG, 2012.
- [55] E. Wainer, S. Brandi, and F. De Mello, 'Soldagem: processos e metalurgia', 4<sup>a</sup> reimpre. São Paulo, 1992.
- [56] 'American Welding Society'. [Online]: <http://www.aws.org/>.
- [57] L. H. Kuo TY, 'Effects of filler metal composition on joining properties of alloy 690 weldments', *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 338, pp. 202–212, 2002.
- [58] K. K. Ramkumar KD, Mithilesh P, Varun D, Reddy ARG, Arivazhagan N, Narayanan S,

- ‘Characterization of Microstructure and Mechanical Properties of Inconel 625 and AISI 304 Dissimilar Weldments’, *ISIJ Int.*, vol. 54, no. 4, pp. 900–908, 2014.
- [59] X. Xing, X. Di, and B. Wang, ‘The effect of post-weld heat treatment temperature on the microstructure of Inconel 625 deposited metal’, *J. Alloys Compd.*, vol. 593, pp. 110–116, 2014.
- [60] J. N. DuPont, ‘Solidification of an alloy 625 weld overlay’, *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 27, no. 11, pp. 3612–3620, 1996.
- [61] H. R. Rezaei Ashtiani and R. Zarandooz, ‘Microstructural and mechanical properties of resistance spot weld of Inconel 625 super alloy’, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 84, no. 1–4, pp. 607–619, 2016.
- [62] I. G. Machado, *Soldagem & Técnicas Conexas: Processos*. 2007.
- [63] ‘PETROBRAS N-133’, *CONTEC SC-28 Soldag.*, vol. 2<sup>a</sup> Emenda, 2005.
- [64] ‘AMERICAN FILLER METALS’, USA.
- [65] ASTM, ‘Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-, Nickel-, or Cobalt-Based Alloys<sup>1</sup>’, *Stand. Test Method*, 1998.
- [66] ASTM, ‘ASTM G61-86: Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-, Nickel-, or Cobalt-Based Alloys’, *ASTM Stand.*, no. Reaprovada 1998, 1986.
- [67] ‘ASTM G48-03: Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution<sup>1</sup>’, *Annu. B. ASTM Stand.*, pp. 1–9, 2003.
- [68] B. L. F. Agüero, ‘Avaliação da Resistência à Corrosão Localizada de Revestimentos Soldados com Ligas de Níquel pelo Processo MIG-Pulsado’, *Universidade Federal do Rio de Janeiro*, 2015.
- [69] C. C. Silva, C. R. M. Afonso, J. Ramirez, M. F. Motta, H. C. de Miranda, and J. P. Farias, ‘Evaluation of the corrosion resistant weld cladding deposited by the TIG cold

- wire feed process', 8th Int. Conf. Process. Manuf. Adv. Mater. THERMEC 2013, vol. 783–786, pp. 2822–2827, 2014.
- [70] I. Astm, 'ASTM G108-94: Standard Test Method for Electrochemical Reactivation (EPR) for Detecting Sensitization of AISI Type 304 and 304L Stainless Steels', Annu. B. ASTM Stand., no. Reapproved 2010, pp. 1–9, 1994.
- [71] S. WOLYNEC, *Técnicas Eletroquímicas em Corrosão*, Vol.49. São Paulo, 2003.
- [72] G. H. Aydogdu and M. K. Aydinol, 'Determination of susceptibility to intergranular corrosion and electrochemical reactivation behaviour of AISI 316L type stainless steel', *Corros. Sci.*, vol. 48, no. 11, pp. 3565–3583, 2006.
- [73] P. Novak, R. Stefec, and F. Franz, 'Testing the Susceptibility of Stainless Steel To Intergranular Corrosion By a Reactivation Method.', *Corrosion*, vol. 31, no. 10. pp. 344–347, 1975.
- [74] M. Akashi T. Kawamoto, F. Umemura, 'Evaluation of IGSCC susceptibility of austenitic stainless steels using electrochemical reactivation method', *Corros. Eng.*, vol. 29, p. 163, 1980.
- [75] H. E. Bühler, L. Gerlach, O. Greven, and W. Bleck, 'The electrochemical reactivation test (ERT) to detect the susceptibility to intergranular corrosion', *Corros. Sci.*, vol. 45, no. 10, pp. 2325–2336, 2003.
- [76] M. Prohaska, T. Wernig, G. Mori, G. Tischler, and R. Grill, 'Possibilities and limitations of replacing a conventional corrosion test with an electrochemical potentiokinetic reaction method using the example of alloy 625', *Proc. EuroCorr 2009*, no. September 6th – 10th 2009, pp. 1–13, 2009.
- [77] Vladimír Cíhal e Rudolf Stefec, 'On the development of the electrochemical potentiokinetic method', *Electrochim. Acta*, vol. 46, pp. 3867–3877, 2001.
- [78] M. Prohaska et al., 'Application of high resolution techniques to characterize sensitization of a highly alloyed material', *Proc. Eurocorr 2010*, no. September 8th–12th 2010, pp. 1–16, 2010.

- [79] Philip Corners e CO LTDA. Majestic road, Nursling Estate, Southampton, Hampshire.
- [80] ‘Techalloy Company, lincoln electric company’. [Online]: [http://www.lincolnelectric.com/en-us/Consumables/Pages/product.aspx?product=Products\\_Consumable\\_NickelAlloys-Tech-Rod-Tech-Rod112\(LincolnElectric\)](http://www.lincolnelectric.com/en-us/Consumables/Pages/product.aspx?product=Products_Consumable_NickelAlloys-Tech-Rod-Tech-Rod112(LincolnElectric)). [Acessado: 25-Oct-2016].
- [81] H. Wang, J. Wang, C. Fu, and K. Wang, ‘Corrosion behavior of alloy 800 in simulated crevice solutions’, *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 8, no. 6, pp. 8812–8822, 2013.
- [82] K. N. D. L. Piron, E. P. Koutsoukos, ‘Corrosion Behavior of Nickel and Inconel in Acidic Chloride Solutions’, *Corrosion*, vol. 25, no. 4, pp. 151–156, 1969.
- [83] F. Z. and L. F. G. TKABANELLI, ‘BEHAVIOUR OF NICKEL AND ITS ALLOYS IN ACIDIC MEDIA’, *Corros. Sci.*, vol. 5, pp. 211–224, 1965.
- [84] M. Prohaska, H. Kanduth, G. Mori, R. Grill, and G. Tischler, ‘On the substitution of conventional corrosion tests by an electrochemical potentiokinetic reactivation test’, *Corros. Sci.*, vol. 52, no. 5, pp. 1582–1592, 2010.
- [85] B. A. Dedavid, C. I. Gomes, and G. Machado, *MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA - Aplicações e preparação de amostras - Materiais Poliméricos, metálicos e semicondutores*. Porto Alegre, 2007.
- [86] S. W. Banovic, J. N. Dupont, and a. R. Marder, ‘Dilution and microsegregation in dissimilar metal welds between super austenitic stainless steel and nickel base alloys’, *Sci. Technol. Weld. Join.*, vol. 7, no. 6, pp. 374–383, 2002.
- [87] J. N. DuPont, ‘Solidification of an Alloy 625 Weld Overlay’, *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 27, no. A, 1996.
- [88] J. Rozmus-Górnikowska, M., Cieniek, Ł., Blicharski, M., & Kusiński, ‘Microstructure and Microsegregation of an Inconel 625 Weld Overlay Produced on Steel Pipes by the Cold Metal Transfer Technique’, *Arch. Metall. Mater.*, vol. 59, no. 3, pp. 1081–1084, 2014.
- [89] A. J. Silva, C. C., de Miranda, H. C., Motta, M. F., Farias, J. P., Afonso, C. R. M., &

- Ramirez, 'New insight on the solidification path of an alloy 625 weld overlay', *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 2, no. 3, 2013.
- [90] N. STEPHENSON, 'Versatility of highly-alloyed Ni-Cr-Mo welding consumables', *Weld. Met. Fabr.*, vol. 58, no. 7, 1990.
- [91] C. P. S. Giraldo, 'Precipitação de fases intermetálicas na zona afetada pelo calor de temperatura baixa (ZACTB) na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex', Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2001.
- [92] A. N. A. Claudia and D. O. S. Santos, 'Avaliação da resistência à corrosão de revestimentos da liga UNS N06625 depositados pelo processo PTA-P', Universidade Federal de Espírito Santo, 2015.
- [93] E. Metal and M. Outubro, 'Influência da precipitação de fase  $\sigma$  na resistência à corrosão e nas propriedades mecânicas de um aço vazado inoxidável duplex GX2CrNiMoCuN25-6-3-3', 2008.
- [94] ASTM Standards, 'ASTM G46-94: Standard Guide for Examination and Evaluation of Pitting Corrosion', vol. 94, no. Reapproved 1999, pp. 1–7, 1999.
- [95] J. Kil, Y. Ho, B. Ho, and K. Young, 'New findings on intergranular corrosion mechanism of stabilized stainless steels', vol. 56, pp. 1701–1710, 2011.