4 Materiais e Métodos Experimentais

4.1.Introdução

O trabalho experimental visa estudar a substituição da Hematita (Fe_2O_3), material normalmente empregado no revestimento dos eletrodos oxidantes, pela Wustita (FeO). Parte do estudo abarca analisar como esta substituição pode afetar a microestrutura do metal de solda e suas propriedades mecânicas. Para fabricar os eletrodos, foi necessário obter a wustita, que foi gentilmente fornecida por duas fontes, as empresas Gerdau e Elbras, a partir de carepa de laminação. A carepa fornecida pela Elbras não teve a composição de wustita ideal para o desenvolvimento do trabalho e se optou por usar a carepa da empresa Gerdau.

A fabricação dos eletrodos, assim como a soldagem e a análise de hidrogênio difusível do metal de solda, foi realizada no Departamento de Engenharia Mecânica (DEMEC) da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), onde possuem grande parte do material e o equipamento necessário para a elaboração tanto dos eletrodos como da soldagem.

4.2. Materiais

Os materiais usados neste estudo estão descritos nesta seção, incluindo o metal de base, arames e ingredientes do revestimento usados na fabricação dos eletrodos. Estes ingredientes, exceto a Wustita, foram proporcionados pela empresa ESAB e possuem quase 100% de pureza.

A formulação dos ingredientes do revestimento dos eletrodos fabricados, assim como a composição química da chapa de aço e dos arames utilizados para a soldagem é mostrada em tabelas. Foram cinco as composições estudadas variando a proporção de Hematita e Wustita, conforme detalhado na Seção 4.2.3.

4.2.1. Metal base

O metal de base usado foi uma chapa de aço baixo carbono (aço estrutural) fornecido pelo DEMEC (UFMG). As dimensões da chapa foram às seguintes: 150 mm de largura, 12 mm de espessura e 150 mm de comprimento.

A composição química é mostrada na Tabela 1, obtida pela técnica de Espectrometria de Emissão Óptica, pela FUNSHELL FUNDIÇÃO ARTÍSTICA E INDUSTRIAL LTDA. Os testes realizados foram feitos em duas etapas. Durante a primeira etapa se soldaram quatro amostras (A até D). Na segunda etapa somente foi soldada uma amostra (designada pela letra E) usando-se uma chapa de aço com composição química diferente.

	Metal de base etapa 1	Metal de base etapa 2
С	0.119	0.157
Si	0.237	0.192
Р	0.021	0.018
S	_	0.008
Mn	1.09	0.617
Мо	0.019	0.008
Ni	0.223	0.015
Cr	0.559	0.008
Си	0.306	0.039
Ti	0.020	-
V	-	-
Al	0.027	0.035
Ni	0.019	-

Tabela 1 – Composição química do metal de base das duas etapas

4.2.2. Arames

Os arames utilizados para a elaboração dos eletrodos também foram fornecidos pelo DEMEC (UFMG). Estes arames foram trefílados e suas dimensões foram: 3,25 de mm diâmetro e aproximadamente 140 mm de comprimento. A Tabela 2 mostra sua composição química. Apenas as amostras A, B e E foram analisadas.

	Α	В	E
С	0.050	0.056	0.053
Si	0.020	0.016	0.015
Р	0.013	0.014	0.016
S	_	_	0.010
Mn	0.525	0.530	0.465
Мо	_	_	_
Ni	0.019	0.020	0.026
Cr	0.015	0.015	0.011
Си	0.021	0.023	0.022

Tabela 2 - Composição química dos arames dos eletrodos

4.2.3. Revestimento

Como foi dito anteriormente todos os ingredientes procederam da empresa ESAB. Primeiramente uma breve descrição e função dos ingredientes de revestimento utilizados. Os materiais são mostrados na Figura 20.

Mistura seca

Sílica

A sílica é uma formadora de escória e fluxo. Empregada principalmente para encorpar a escória e conferir propriedades como viscosidade, tensão superficial e ponto de fusão.

Ferro-Manganês

Atua como um ligante e desoxidante (maior afinidade pelo oxigênio do que o ferro) e dessulfurante.

Feldspato de Potássio

Usado como estabilizador do arco elétrico e como formador de escória para conferir viscosidade e tensão superficial.

Carboxi-Metil-Celoluse (CMC)

Polímero semi-sintético que dissolve rapidamente na água, usado principalmente como espessante e estabilizante.

Mistura úmida

Silicato de Potássio

O silicato de potássio é um aglomerante solúvel. Sua função principal é formar uma massa plástica de material de revestimento capaz de ser extrudada e secada no forno. O revestimento final, após a passagem no forno, deve apresentar uma dureza tal que mantenha uma cratera e tenha resistência suficiente para não se fragmentar, trincar ou lascar. Também pode ser usado para tornar o revestimento não inflamável e evitar decomposição prematura.

Também são adicionados ao revestimento os ingredientes a serem substituídos, que são a hematita e a wustita

Hematita

O ferro é extraído da natureza a partir de minério hematítico quimicamente, o óxido Fe₂O₃.

Wustita (FeO)

O óxido Fe_2O_3 é reduzido pelo monóxido de carbono, $CO_{(g)}$, obtido a partir de um material carbonoso denominado coque, dando outro óxido de ferro chamado magnetita (Fe_3O_4). Esta, por sua vez, ao ser reduzida pelo CO, produz a wustita (FeO).

Conforme comentado acima, no presente trabalho buscou-se obter wustita a partir de carepa de laminação. Com a ajuda da Gerdau, testaram-se algumas condições de resfriamento da carepa na linha de laminação, visando aumentar a fração de wustita. No entanto, para preparar o material do revestimento dos eletrodos, a carepa teve que ser moída.

Percebeu-se, então, que neste processo a Wustita poderia se transformar de volta em Magnetita. Idealmente, a moagem deveria ser feita a vácuo, para minimizar a transformação. Como não se dispunha deste equipamento, a moagem foi realizada em um moinho de bolas de cerâmica convencional.

Assim, não foi possível obter wustita com alta pureza, e tornou-se importante avaliar quantitativamente o material moído e incorporado ao revestimento dos eletrodos. Para isso utilizou-se Difração de Raios-x (DRX) associada ao método de Rietveld. O difratograma da Figura 21. indica uma fração de Wustita de \approx 29%.



Figura 20 – Materiais utilizados como ingredientes no revestimento. (a) Wustita, (b) Hematita, (c) CMC, (d) Feldspato de potássio, (e) Ferro-Manganês, (f) Sílica, (g) Silicato de potássio.



Figura 21 – Difratograma da carepa moída

A formulação dos eletrodos fabricados para este trabalho é dada na Tabela 3 e na Tabela 4. Todos os eletrodos apresentam as mesmas quantidades de ingredientes, variando unicamente a proporção de hematita/wustita.

Tabela 3 – Formulação dos revestimentos dos eletrodos – Aglomerante versus Fases Sólidas

Ingredientes	% em peso		
Silicato de Potássio	28		
(K ₂ O. SiO ₂)			
Sílica			
(SiO ₂)			
Ferro-Manganês			
(Fe-Mn)			
Feldspato de Potássio			
(K ₂ O. Al ₂ O ₃ . 6SiO ₂)	72		
CarboxiMetilCelulose	72		
(CMC)			
Hematita			
(Fe ₂ O ₃)			
Wustita			
(FeO)			

In our diam too	Eletrodo (% em peso)				
ingreatentes	Α	В	С	D	E
Sílica (SiO ₂)	27	27	27	27	27
Ferro-Manganês (Fe-Mn)	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
Feldspato de Potássio (K ₂ O. Al ₂ O ₃ . 6SiO ₂)	4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
CarboxiMetilCelulose (CMC)	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
Hematita (Fe ₂ O ₃)	62	56	49.5	43	21
Wustita (FeO)	0.0	6.0	12.5	19	41
Wustita/ (Wustita+Hematita)	0%	10%	20%	30%	66%

Tabela 4 – Formulação dos revestimentos dos eletrodos – Variação da fração de hematita e wustita

Nas análises da influência do teor de wustita, utilizam-se como referência a proporção de wustita com relação à soma de wustita com hematita mostrada na última linha da Tabela 3.

4.3. Procedimento de Fabricação dos Eletrodos

O equipamento para a fabricação dos eletrodos consiste de uma prensa hidráulica manipulada manualmente, formada por varias peças (o equipamento está ilustrado na Figura 22). Entre elas, um cilindro de aço (esquematizado na Figura 23) de diâmetro interno 3,25 cm, correspondendo ao diâmetro do arame ou alma, que simula a forma dos eletrodos elaborados comercialmente, onde será introduzida a pasta que forma o revestimento dos eletrodos. Os eletrodos têm comprimento de \approx 140mm.



Figura 22 - Equipamento utilizado na fabricação dos eletrodos



Figura 23 – Peça onde é introduzido o arame e que é manipulada até sair o eletrodo

Depois da seleção dos materiais, o passo seguinte é realizar a mistura seca, para a qual todos os ingredientes em pó foram levados a uma granulometria de 325 mesh. Todos os componentes foram fornecidos nesta granulometria, exceto hematita e wustita, que precisaram ser moídas. Quantidades especificadas na Tabela 3. Todo o processo de fabricação está ilustrado na Figura 24.

- a) Em seguida, os ingredientes foram misturados.
- b) O Silicato de Potássio é adicionado à mistura anterior para grudar e formar uma pasta que possa ser usada facilmente para a preparação dos eletrodos.
- c) Esta pasta é embutida no cilindro de aço.
- d) O arame é introduzido junto com as duas guias, superior e inferior para fazer com que fique centralizado dentro do cilindro.

- e) O cilindro é montado na prensa hidráulica.
- f) Mediante uma palanca é manipulado até sair pela parte superior.
- g) O eletrodo é retirado com extremo cuidado da peça de aço para não romper ou trincar.
- h) Após uma rápida secagem em posição vertical, os eletrodos foram colocados no forno a uma temperatura de 100°C para uma secagem mais prolongada (durante 90 minutos), assegurando o teor adequado de umidade antes de serem usados.
- i) Ao serem retirados do forno os eletrodos são inspecionados visualmente para comprovar o não aparecimento de trincas ou rachaduras. Após esta verificação, os eletrodos são envernizados com duas capas de verniz vinílico e deixados secar durante 24 horas ao ar para seu uso posterior.

O diâmetro do revestimento foi de 5.3 mm e um comprimento de ≈ 10 cm.



Figura 24 – Processo de fabricação dos eletrodos e secagem dos mesmos **4.4. Procedimento de Soldagem**

As condições de soldagem utilizadas foram as seguintes: as soldas foram depositadas em uma posição plana com ângulo de 60° de inclinação entre o eletrodo e a chapa a uma profundidade de 0,5 m. A corrente de soldagem usada

foi de 160 A e uma tensão variando entre 20 e 30 V. A corrente e a tensão foram monitoradas por um sistema de aquisição com uma taxa de 1000 pontos/segundo.

O equipamento para a soldagem consta de um aquário ornamental construído pelo DEMEC (UFMG). O aquário dispõe de um sistema de soldagem por gravidade para manter o eletrodo em contato com a chapa (Figura 25). O esquema da soldagem da chapa é mostrado na Figura 26.

As chapas de aço foram então soldadas utilizando cada um dos eletrodos identificados na Tabela 3. Foram feitos quatro passes, dois passes lado a lado, mais um no meio destes e um último passe acima do terceiro, tentando desta forma conseguir menor concentração de temperatura no último passe para minimizar a influência do metal de base.



Figura 25 - Equipamento para a soldagem e chapa mostrando a posição de solda



Figura 26 – Esquema ilustrativo da soldagem da chapa mostrando os quatro passes feitos

4.5. Preparação dos corpos de prova

Após a soldagem, a chapa foi cortada para gerar os corpos de prova (CP's) para as diversas análises (Figura 27). Cortaram-se para análise metalográfica e para análise química.

Os CP's para análise metalográfica foram embutidos a frio em resina epóxi com 10% de catalisador e deixados durante 24 horas para cura. Para o polimento foi utilizada uma politriz automática marca Buehler, modelo Beta com Vector Power Head. As lixas usadas foram de 150, 220, 320, 400, 600 e 1200 grãos por polegada (GPP), com tempo de 4 minutos para cada uma. Depois um polimento com pasta de diamante de 6 μ m, 3 μ m, 1 μ m, com 3 minutos para cada um. Para a análise química não foi necessário fazer polimento dos CP's, somente cortar uma pequena seção uniforme para as queimas.



Figura 27 – Exemplo de corte das amostras para análise química e metalográfica

4.6. Análise de Inclusões

Microscopia Ótica (MO) e Eletrônica de Varredura (MEV) foram utilizadas para análise de inclusões de óxidos.

Utilizou-se um microscópio óptico motorizado Axioplan 2 Imaging (Carl Zeiss, Hallbergmoos, Germany) com uma câmera digital (Axiocam HR, Carl Zeiss Vision) de 1300 x 1030 pixels (Figura 28). Foram capturadas 60 imagens para cada amostra, com uma lente objetiva Epiplan 100X HD (Carl Zeiss), gerando um aumento aproximado de 1000X com uma resolução de 0,10 µm/pixel. Exemplos de imagens obtidas aparecem na Figura 29.

Utilizou-se também um MEV Carl Zeiss DSM960, no modo de elétrons retro espalhados, para capturar imagens em maior aumento (4000X) e resolução espacial de 0.02µm/pixel. Da mesma forma que para MO, 60 campos foram capturadas para cada amostra. Para reduzir efeitos de carregamento e melhorar a qualidade das imagens, foi feita uma deposição de ouro sobre as amostras. Imagens típicas são mostradas na Figura 29.



Figura 28 – Laboratório de Microscopia Digital (DEMa PUC-Rio) (Reis, 2007)



Figura 29 – Exemplos de imagens obtidas no MO e no MEV

Os dois grupos de imagens foram então analisados através de rotinas automáticas desenvolvidas no programa KS400. Foram geradas medidas de contagem, fração de área e distribuição de diâmetros das inclusões. Estas rotinas são apresentadas a seguir e a linguagem própria do programa KS400 encontra-se na seção 9.1 do capitulo apêndices.

4.6.1. Análise de Imagens de MO

As imagens obtidas no MO foram processadas para a análise de inclusões utilizando a macro que será descrita a seguir. A seqüência está esquematizada na Figura 30, baseada em uma imagem típica. Para tornar mais visível o resultado de cada etapa, optou-se por mostrar uma pequena área da imagem original.

- j) A imagem original mostra as inclusões escuras, com uma vasta faixa de tamanhos, sobre a matriz clara. É possível visualizar também a variação de tonalidades das inclusões, resultado de variações de composição e de perda de contraste em função da resolução limitada do MO.
- k) É aplicada uma segmentação adaptativa (Paciornik, Mauricio, 2004) que busca variações locais de tonalidade para discriminar as inclusões da matriz, gerando uma imagem binária – inclusões brancas contra matriz

59

preta. As inclusões menores são automaticamente preenchidas, mas as maiores têm apenas seu contorno identificado.

- Utiliza-se um comando de preenchimento de buracos (fill holes) para preencher as inclusões grandes.
- m) Utiliza-se a técnica do divisor de águas (watersheds) (Serra, 1982) para separar inclusões muito próximas, que poderiam ser tratadas pelo programa como objetos únicos. As linhas de separação são mostradas em vermelho sobre a imagem binária.
- n) Eliminam-se pequenos objetos, de até 10 pixels de área. Estes objetos são resultado de ruído, pequenos resíduos sobre a amostra ou pequenas regiões espúrias geradas de maneira não controlada.
- o) Eliminam-se objetos que não sejam suficientemente circulares. Como as inclusões devem ser bastante próximas de um círculo, objetos mais alongados devem ser resultado de falhas do polimento ou sujeira. Finalmente, obtêm-se as bordas dos objetos detectados, que são sobrepostas, em cores, sobre a imagem original, para efeito de verificação visual do resultado.



Figura 30 – Seqüência de processamento de imagens para análise de inclusões (MO).
Vide texto. A seta na imagem f mostra um objeto não circular eliminado.
4.6.2. Análise de Imagens de MEV

As imagens obtidas no MEV foram processadas para a análise de inclusões utilizando a seqüência que será descrita a seguir e mostrada na Figura 31. Da mesma forma que para MO, mostra-se uma pequena área da imagem original para visualizar o resultado de cada etapa. Como as imagens obtidas no MEV possuem maior aumento e menor campo, o número de inclusões presentes na imagem é muito menor do que no MO.

 a) A imagem original reproduzida aparece com problemas de ruído típicos desta técnica (imagem no modo BSE).

- b) Para reduzir o ruído presente é aplicado um filtro do tipo sigma (Paciornik, Mauricio, 2004). Este tipo de filtro não afeta as bordas dos objetos, diferentemente dos filtros passa-baixa tradicionais.
- c) As inclusões são discriminadas através de um limiar de intensidades (threshold) (Gonzalez, Woods, 2008).
- d) Utiliza-se uma série de operações de pós-processamento para separar objetos que se tocam assim como eliminar objetos pequenos demais e preencher buracos internos às inclusões. As linhas vermelhas mostram as fronteiras geradas pelo método do divisor de águas.
- e) Sobrepõem-se as bordas da imagem binária sobre a imagem original para comprovar visualmente o resultado.



Figura 31 – Seqüência de processamento de imagens para análise de inclusões (MEV)

4.7. Análise de Micro-constituintes

Depois de processados os corpos de prova no MEV e no MO para análise de inclusões, foi realizado um ataque químico com a finalidade de revelar a microestrutura dos cordões de solda. Utilizou-se uma solução de Nital 2% com um tempo de aproximadamente 10 segundos.

4.7.1. Aquisição de Imagens em Mosaico

As amostras atacadas foram então observadas por MO. Inicialmente, criouse um mosaico (overview) de baixo aumento cobrindo toda a região soldada, parte do metal de base e do embutimento, conforme ilustrado na Figura 32. Neste mosaico é possível visualizar a região do último cordão, correspondente ao quarto passe de soldagem. Os overviews de todas as amostras são apresentados na seção 9.2 dos apêndices.

Selecionaram-se então três regiões retangulares, cobrindo toda a dimensão vertical do cordão, e uniformemente distribuídas em sua largura. Estas regiões aparecem como retângulos na figura. De cada uma destas regiões foram capturadas imagens em mosaico, com aumento de 500X, para quantificação dos micro-constituintes. O mosaico completo contém até 25 campos, e não poderia ser facilmente visualizado na página impressa. Todo o procedimento de captura foi realizado através do software AxioVision 4.7.



Figura 32 – Exemplo de overview obtido no MO de uma amostra. A seta em preto mostra exemplo dos mosaicos e a seta em vermelho a direção de obtenção dos mesmos.

4.7.2. Quantificação Semi-automática

Os micro-constituintes a avaliar são ferrita pró-eutetoide, ferrita com segunda fase e ferrita acicular. Não é possível automatizar a discriminação e quantificação destes constituintes. Assim, optou-se por combinar as imagens em mosaico obtidas com a técnica tradicional de contagem de pontos em grades. Neste caso, no entanto, desenvolveu-se uma rotina no software KS400 para agilizar o procedimento de contagem. Esta rotina é apresentada na seção 9.1 dos apêndices.

Inicialmente, uma grade pré-definida é desenhada sobre a imagem. Em seguida, o operador marca com o mouse todos os nós da grade correspondentes a um constituinte e o programa acumula os pontos marcados. O processo é repetido sucessivamente para os três constituintes. Todos os pontos marcados são gravados junto com a imagem, para verificação posterior, com cores distintas para cada constituinte. Exemplo deste desenho e mostrado na Figura 33 e na Figura 34. Ao final, uma base de dados é automaticamente criada.



Figura 33 - Imagem mostrando a grade de 100 pontos devidamente identificada



Figura 34 – Ampliação de uma região da figura anterior para visualizar claramente a marcação dos pontos.

Este procedimento foi realizado para cada campo de cada um dos 3 mosaicos de cada uma das 5 amostras. O número de campos por mosaico variou

entre 12 e 25, em função da altura do cordão, gerando um total de dezenas de campos quantificados por amostra. Utilizou-se uma grade de 100 pontos.

4.8. Hidrogênio difusível

Foram também obtidos dados de hidrogênio difusível de todas as cinco amostras para analisar o risco de aparecimento de trincas por hidrogênio na junta soldada. As medidas foram realizadas por cromatografia gasosa com um analisador OERLIKON – Yanaco modelo G1006, seguindo as normas AWS A4.3; ASTM E260 e E355. Foram realizadas 2 ou 3 medidas por amostra.

4.9. Análise de micro-dureza

Usando como referência as regiões de cada amostra das quais se obteve as imagens em mosaico, realizou-se medidas de micro-dureza. O número de medidas variou em função da altura de cada região, em cada amostra. Assim, foram obtidas entre 15 e 25 medidas de micro-dureza de cada uma das 5 amostras. Utilizou-se um micro-durímetro marca SHIMADZU modelo HMV–2000, com uma carga de 1 kg.