

## AVALIAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS 32750 CONTENDO FASES INTERMETÁLICAS E APLICAÇÃO A EQUIPAMENTOS DE PROCESSO

Marcelo Fonseca dos Santos

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Orientador: Fernando Luiz Bastian

Rio de Janeiro Dezembro de 2011 AVALIAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS 32750 CONTENDO FASES INTERMETÁLICAS E APLICAÇÃO A EQUIPAMENTOS DE PROCESSO

Marcelo Fonseca dos Santos

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Examinada por:

Prof. Fernand Prof. Enrique Mariano Castrodeza, D.Sc

Prof. Sérgio Soute Maior Tavares, D.Sc

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL DEZEMBRO DE 2011 Santos, Marcelo Fonseca dos

Avaliação da tenacidade à fratura do aço inoxidável superduplex UNS32750 contendo fases intermetálicas e aplicação a equipamentos de processo/ Marcelo Fonseca dos Santos - Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2011.

XIII, 89p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Fernando Luiz Bastian

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia metalúrgica e de Materiais, 2011.

Referencias Bibliográficas: p. 84-89.

 Aços Inoxidáveis Superduplex.
 Tenacidade à Fratura.
 Mecânica da Fratura.
 Bastian, Fernando Luiz.
 Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia de Metalúrgica e Materiais.
 III.
 Titulo.

Dedico este trabalho e esta conquista a meu avô, José Fructuoso dos Santos, como exemplo de que suas lições de humildade e paz continuarão se perpetuando através das gerações.

#### AGRADECIMENTOS

A meus pais, José Henrique Gomes dos Santos e Nely Fonseca dos Santos por todas as lições que me formaram e me tornaram capaz dessa conquista.

À minha esposa Carina, pela compreensão, apoio e carinho ao longo dos destes anos.

À minha filha Elisa, por ter me ensinado tanto em tão pouco tempo. Pela alegria que trouxe aos nossos lares e nossas vidas.

Ao professor Fernando Luiz Bastian por todo apoio, lições e orientações no caminho para a conclusão deste trabalho.

Aos colegas Guilherme Peixoto Victor Donato e Eduardo Hippert Junior pelas orientações técnicas e profissionais que permitiram a conclusão deste trabalho.

Aos colegas Vicente Luis Thiago e Luiz Carlos largura Júnior pela amizade e companheirismo.

Aos colegas Carlos Eduardo Loureiro Chiapim, Almir Cardoso, Daniel Adolpho da Silva Junior, Edilson Lopes Botelho e Benedito do Couto Nogueira pelo apoio nas atividades de laboratório e na batalha diária.

Ao colega engenheiro Alexander Hiroshi Kasama pelo apoio nas atividades de metalografia e pelas lições sobre caracterização em aços superduplex.

Ao colega engenheiro Jefferson Rodrigues de Oliveira pelo fornecimento de material que tornou este trabalho possível.

Ao Centro de Pesquisa e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES) da PETROBRAS por permitir minha dedicação a este trabalho.

A todos aqueles que de alguma forma me auxiliaram na conclusão deste trabalho e que não foram citados aqui.

V

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

## AVALIAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA DO AÇO INOXIDÁVEL SUPERDUPLEX UNS 32750 CONTENDO FASES INTERMETÁLICAS E APLICAÇÃO A EQUIPAMENTOS DE PROCESSO

Marcelo Fonseca dos Santos

Dezembro/2011

Orientador: Fernando Luiz Bastian

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Este trabalho tem com proposta avaliar o comportamento à fratura do aço inoxidável superduplex UNS32750 contendo fases intermetálicas que, reconhecidamente, provocam redução na tenacidade à fratura deste material. Foi verificada uma intensa perda de tenacidade já para uma pequena fração de intermetálicos (da ordem de 1%). No entanto, estes valores de tenacidade ainda se mantiveram compatíveis com requisitos de tenacidade normalmente praticados na indústria de equipamentos. É feita também uma avaliação dos efeitos práticos desta presença (e da queda da tenacidade) em equipamentos de processamento de petróleo, através de conceitos de mecânica da fratura aplicada a equipamentos e estruturas. Foram determinados defeitos críticos para a falha de equipamentos com o objetivo de se avaliar do ponto de vista prático a influência da metodologia de cálculo de CTOD e de comparação entre os resultados de CTOD obtidos e requisitos de tenacidade.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

## EVALUATION OF FRATURE TOUGHNESS OF UNS32750 SUPERDUPLEX STAINLESS STEEL CONTAINING INTERMETALLIC PHASES AND APPLICATION TO PROCESS EQUIPMENT

Marcelo Fonseca dos Santos

December/2011

Advisor: Fernando Luiz Bastian

Department: Metallurgical and Materials Engineering

This work proposes the study of fracture behavior of UNS32750 superduplex stainless steel containing intermetallic phases wich lead to loss of fracture toughness. A high drop in fracture toughness has been verified for a small amount of intermetallic precipitation (1%). However, these low values are still compatibles with toughness requirements normally proposed by usual design codes and standards used in equipment industry. An evaluation of the practical effects of intermetallic phases in structural integrity of process equipment has been performed trough the application of fracture mechanics concepts. Critical flaw sizes (to fracture) have been determined in order to evaluate the influence of CTOD methodology and to compare CTOD test results with toughness requirements.

## SUMÁRIO

1.	APF	RESE	ENTAÇÃO E CONTEXTUALIZACÃO	1
2.	REV	∕ISÃ	O BIBLIOGRÁFICA	2
2	.1.	Aço	s inoxidáveis superduplex – Aplicações e Metalurgia	2
	2.1.	1.	Aspectos da metalurgia da soldagem dos AISD	5
	2.1.2	2.	Fases intermetálicas nos AISD	9
	2.1.	3.	Comparação entre fases intermetálicas geradas por tratamentos térmi	cos
	e po	r solo	das reais	. 11
	2.1.4	4.	Tratamentos térmicos de envelhecimento para precipitação de fases	
	inter	rmetá	ílicas	. 17
2	.2.	Ava	liação de tenacidade à fratura dos aços inoxidáveis Superduplex	. 19
	2.2.	1.	Considerações gerais sobre conceitos de Mecânica da Fratura	. 19
	2.2.2	2.	Método de Rótula plástica	23
	2.2.	3.	Método η	24
	2.2.4	4.	Efeito de fases deletérias na tenacidade a fratura mecânicas dos AISI	28
3.	ME	TOD	OLOGIA E MATERIAIS	. 33
3	.1.	Obj	etivos	. 33
3	.2.	Mat	riz de Ensaios e Materiais	34
3	.3.	Qua	ntificação de fases	. 35
3	.4.	Ens	aios de Tração	36
3	.6.	Ens	aios de CTOD (Material como recebido e com Fases intermetálicas)	. 38
3	.7.	Aná	ilise Fractográfica	. 39
4.	RES	SULT	TADOS E DISCUSSÃO	40
4	.1.	Cara	acterização metalográfica e tratamentos térmicos	40
4	.2.	Con	nportamento à tração	45
4	.3.	Ens	aios de Tenacidade à fratura CTOD	. 49
	4.3.	1.	Determinação de CTOD pela abordagem geométrica	. 50
	4.3.2	2.	Determinação de CTOD pela abordagem Energética	. 50
	4.3.	3.	Considerações sobre as metodologias de determinação de CTOD	. 51
	4.3.4	4.	Análise dos limites de validade da determinação de J e CTOD	. 55
	4.3.:	5.	Relação entre fases intermetálicas e tenacidade à fratura	. 56
4	.5.	Rela	ação entre resultados de CTOD e requisitos de tenacidade de projeto	. 67
4	.6.	Apl	icações dos resultados de CTOD através de Estudos de Caso	. 68

	4.6.2.	Vaso de pressão Tratador de Óleo – Descontinuidade na solda	
	Longitud	linal para comparação entre metodologias de cálculo de CTOD	. 74
	4.6.3.	Vaso de pressão – Solda Longitudinal	. 76
	4.6.4.	Vaso de pressão – Solda Bocal-Costado	. 78
	4.6.5.	Linha de tubulação de processo – Solda circunferencial	. 79
5.	CONCL	USÕES	. 82
6.	REFERÍ	ÈNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	. 83

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Diagrama de fases Fe-Cr-Ni, com 68% de Fe [5]
Figura 2 Variação do Ferrite number em função do Heat Input (GTAW) [15]6
Figura 3 Regiões principais de um ciclo térmico para AISD [4]7
Figura 4 Variação do tamanho de grão ferrítico em função do aporte térmico [15] 7
Figura 5 Diagrama de resfriamento continuo para os AISD 32760 e 32550 [19]
Figura 6 Diagrama TTT para o AISD 2507 [14]9
Figura 7 Imagem obtida por microscopia ótica (Ataque eletrolítico/NaOH )
Microestruturas de AISD em marrom a fase sigma, em azul a fase chi, em cinza a
ferrita, em branco a austenita.[21] 11
Figura 8 Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (Sem ataque químico).
A fase sigma se apresenta mais clara e a fase chi mais escura [5] 11
Figura 9 Amostras de acessórios de tubulação fabricados em AID 2205 com fases
sigma geradas durante o processo de fabricação. Microscopia ótica. [23]12
Figura 10 Comparação entre morfologia de fases intermetálicas geradas por soldagem
(à esquerda) e por tratamentos térmicos(à direita). Microscopia ótica
Figura 11 Fases intermetálicas precipitadas em soldas reais do AISD UNS 32760.
Microscopia ótica(esquerda) e microscopia eletrônica de varredura (direita) 14
Figura 12 Fases intermetálicas verificadas metal de solda de AISD. Microscopia ótica
[39]
Figura 13 Fases intermetálicas detectadas por replicas metalográficas em material
tratado isotermicamente (800°C por 45 e 60 minutos respectivamente [40] 15
Figura 14 Fase sigma encontrada em ZTA de soldas de tubulação de processo em
AISD [40]
Figura 15 Disposição de fases intermetálicas em AISD com envelhecimento [11] 16
Figura 16 Relação entre precipitação de fases deletérias e tempo de envelhecimento
[42]
Figura 17 Percentual de fases intermetálicas em relação ao tempo de tratamento e
técnicas de quantificação de fases[42]18
Figura 18 Morfologias distintas para diferentes temperaturas tratamento isotérmico [43]
Figura 19 Esquema ilustrativo do ensaio de um corpo de prova SE(B) 21
Figura 20 Gráficos carga x deslocamento de abertura de trinca [72]

Figura 21 Definições consideradas para o parâmetro CTOD [6]
Figura 22 Componentes Elástica e plástica da curva carga x CMOD[62]
Figura 23 Regiões de validade dos parâmetros K e CTOD e a zona plástica [72] 27
Figura 24 Resultados de ensaios de charpy em função de tratamentos térmicos (AISD
UNS 32750) [27]
Figura 25 Tenacidade à fratura em função da precipitação de intermetálicos[9] 30
Figura 26 Gráficos Carga x deslocamento de abertura de trinca obtidos por Gunn[9]. 30
Figura 27 Posicionamento do entalhe em corpos de prova de UNS32750 [8] 31
Figura 28 Gráfico carga x CMOD obtidos em ensaios de CTOD em AISD 2507 [8] 32
Figura 29 Posição de extração dos corpos de pova de tração e CTOD
Figura 30 Análise metalográfica do AISD 2507 como exemplo de imagem para
quantificação de fase(austenita). Microscopia Ótica
Figura 31 Máquina de ensaios mecânicos universal MTS utilizada para ensaios de
tração
Figura 32 Corpo de prova usinado para os ensaios de tração
Figura 33 Montagem dos ensaios de CTOD para abertura de pré-trinca de fadiga 38
Figura 34 Corpo de prova de CTOD com seção quadrada de 12mm x 12mm e 70mm de
comprimento
Figura 35 Amostra Referencia – Material como recebido. Obtida por microscopia
ótica
Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por
Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por microscopia ótica
<ul> <li>Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por microscopia ótica</li></ul>
<ul> <li>Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por microscopia ótica</li></ul>
<ul> <li>Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>41</li> <li>Figura 37 Amostra T2 – Tratamento térmico a 800°C por 10 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>41</li> <li>Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por</li> </ul>
<ul> <li>Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>41</li> <li>Figura 37 Amostra T2 – Tratamento térmico a 800°C por 10 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>41</li> <li>Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>42</li> </ul>
<ul> <li>Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>41</li> <li>Figura 37 Amostra T2 – Tratamento térmico a 800°C por 10 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>41</li> <li>Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>42</li> <li>Figura 39 Amostra T4 – Tratamento térmico a 800°C por 20 minutos. Obtida por</li> </ul>
Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por         microscopia ótica.       41         Figura 37 Amostra T2 – Tratamento térmico a 800°C por 10 minutos. Obtida por       41         microscopia ótica.       41         Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por       41         Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por       42         Figura 39 Amostra T4 – Tratamento térmico a 800°C por 20 minutos. Obtida por       42         Figura 39 Amostra T4 – Tratamento térmico a 800°C por 20 minutos. Obtida por       42
<ul> <li>Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>41</li> <li>Figura 37 Amostra T2 – Tratamento térmico a 800°C por 10 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>41</li> <li>Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>42</li> <li>Figura 39 Amostra T4 – Tratamento térmico a 800°C por 20 minutos. Obtida por</li> <li>42</li> <li>Figura 40 Amostra T5 – Tratamento térmico a 800°C por 25 minutos. Obtida por</li> </ul>
Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por         microscopia ótica.       41         Figura 37 Amostra T2 – Tratamento térmico a 800°C por 10 minutos. Obtida por       41         Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por       41         Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por       42         Figura 39 Amostra T4 – Tratamento térmico a 800°C por 20 minutos. Obtida por       42         Figura 40 Amostra T5 – Tratamento térmico a 800°C por 25 minutos. Obtida por       43
Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por         microscopia ótica.       41         Figura 37 Amostra T2 – Tratamento térmico a 800°C por 10 minutos. Obtida por       41         Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por       41         Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por       41         Figura 39 Amostra T4 – Tratamento térmico a 800°C por 20 minutos. Obtida por       42         Figura 40 Amostra T5 – Tratamento térmico a 800°C por 25 minutos. Obtida por       43         Figura 41 Amostra T1 livre de fases intermetálicas. Obtida por microscopia eletrônica       43
Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por         microscopia ótica.       41         Figura 37 Amostra T2 – Tratamento térmico a 800°C por 10 minutos. Obtida por       41         Figura 37 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por       41         Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por       41         Figura 39 Amostra T4 – Tratamento térmico a 800°C por 20 minutos. Obtida por       42         Figura 40 Amostra T5 – Tratamento térmico a 800°C por 25 minutos. Obtida por       43         Figura 41 Amostra T1 livre de fases intermetálicas. Obtida por microscopia eletrônica       43
<ul> <li>Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>41</li> <li>Figura 37 Amostra T2 – Tratamento térmico a 800°C por 10 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>41</li> <li>Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>42</li> <li>Figura 39 Amostra T4 – Tratamento térmico a 800°C por 20 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>42</li> <li>Figura 40 Amostra T5 – Tratamento térmico a 800°C por 25 minutos. Obtida por microscopia ótica.</li> <li>43</li> <li>Figura 41 Amostra T1 livre de fases intermetálicas. Obtida por microscopia eletrônica de varredura.</li> <li>43</li> <li>Figura 42 Amostra T5 com presença de fases intermetalicas. Obtida por microscopia</li> </ul>

Figura 43 Pontos de Análise para caracterização das Fases Sigma e χ. Obtida por
microscopia eletrônica de varredura
Figura 44 Gráficos tensão x deformação para o material "como recebido"
Figura 45 Variação das propriedades mecânicas à tração em função da porcentagem de
intermetálicos
Figura 46 Resultados Carga x CMOD dos ensaios de CTOD
Figura 47 Comparação de resultados de CTOD pelas normas BS e ASTM por gráfico
do tipo 1:1
Figura 48 Variação da relação $\delta_{ASTM} / \delta_{BS}$ em função da espessura dos corpos de prova 54
Figura 49 Variação da relação $\delta_{ASTM} / \delta_{BS}$ em função do coeficiente N e do limite de
escoamento
Figura 50 Valores de Tenacidade em função da presença de intermetálicos
Figura 51 Resultados de CTOD em função de intermetálicos para o UNS 31803 57
Figura 52 Correlação entre resultados de Charpy e CTOD obtidos por Gunn e Wiesner
Figura 53 Resultados de ensaios de charpy em função da fração de intermetálicos 58
Figura 54 Resultados de CTOD em função da presença de intermetálicos em AISD
2507 [32]
Figura 55 Superfície de fratura de corpo de prova da condição de como recebido 60
Figura 56 Superfície de fratura de corpo de prova da condição T3
Figura 57 Superfície de fratura de corpo de prova da condição T5
Figura 58 Superfície de fratura CP REF 01. Obtida por microscopia eletrônica de
varredura
Figura 59 Superfície de fratura CP REF 01. Obtida por microscopia eletrônica de
varredura
Figura 60 Superfície de fratura CP T3 01. Obtida por microscopia eletrônica de
varredura
Figura 61 Superfície de fratura CP T5 01. Obtida por microscopia eletrônica de
varredura
Figura 62 Superfície de fratura CP T5 01. Obtida por microscopia eletrônica de
varredura
Figura 63 Sentido de propagação da trinca em relação à disposição dos grãos de
austenita e ferrita [63]65
Figura 64 Trincamento de partículas de fase $\sigma$ em ensaios de tração [65]

Figura 65 Trincamento em partículas de fase sigma em aço AID
Figura 66 Dimensões principais de descontinuidades superficiais
Figura 67 Diagrama FAD com exemplos de defeitos avaliados
Figura 68 Diagrama FAD com diferentes combinações de a/2c para determinação dos
valores críticos
Figura 69 Curva de sensibilidade a x 2c para defeitos planares superficiais
Figura 70 Esquema geral do equipamento74
Figura 71 Resultados de dimensões críticas para comparação entre as metodologias
ASTM e BS
Figura 72 Resultados de dimensões críticas para solda longitudinal de Vaso de pressão
Figura 73 Esquema de localização do defeito na solda entre um bocal e o costado 78
Figura 74 Resultados de dimensões críticas para resultados de CTOD e critérios de
tenacidade (Solda entre bocal e costado de vaso de pressão)
Figura 75 Exemplo de tubulação de processo fabricada em aço AISD e esquema de
descontinuidade em solda circunferencial
Figura 76 Resultados de dimensões críticas para resultados de CTOD e critérios de
tenacidade (Solda circunferencial de tubulação de processo)

### 1. APRESENTAÇÃO E CONTEXTUALIZAÇÃO

As recentes descobertas de novos campos de petróleo no Brasil têm sido acompanhadas por constatações de que o óleo a ser explorado apresentaria altos teores de contaminantes como H<sub>2</sub>S e CO<sub>2</sub>, substâncias de reconhecida importância em relação à corrosão de aços normalmente utilizados na indústria do petróleo. Adicionalmente, as características destes óleos têm demandado processos de tratamento e de refino com temperaturas e pressões cada vez maiores.

Este cenário tem gerado inúmeros desafios no projeto e na construção de equipamentos que resistam de maneira satisfatória e segura, tanto à corrosividade dos fluidos quanto às solicitações mecânicas. Inseridos neste contexto, aços inoxidáveis duplex e superduplex (que serão tratados neste trabalho como AID e AISD, respectivamente) passaram a ganhar grande visibilidade na seleção de materiais para equipamentos da industria do petróleo.

Apesar da crescente aplicabilidade encontrada por estes aços, suas características de composição química e microestrutura, representadas principalmente pela dinâmica de formação de fases intermetálicas, são responsáveis por diversas limitações em relação à sua fabricação (soldagem e conformação/solubilização). Dentre estas dificuldades, este trabalho procura destacar como principal, o efeito das fases intermetálicas nas propriedades mecânicas destes aços, e em especial, na sua tenacidade à fratura.

É bem discutida a questão de que fases intermetálicas, ou também chamadas de fases deletérias, tendem a reduzir fortemente a tenacidade (à fratura) dos aços AISD. No entanto, aplicar esta relação com o objetivo de garantir a integridade de equipamentos ainda é um desafio para a engenharia. O contexto no qual este trabalho é inserido baseia-se no questionamento de qual seria o risco real em relação à integridade (fratura) de um equipamento em que fossem detectadas fases intermetálicas. Logicamente, esse risco ou essa susceptibilidade seriam diretamente dependentes também do percentual de fases intermetálicas presente. Uma das formas de se avaliar essa susceptibilidade seria aplicar os conceitos da mecânica da fratura para se determinar dimensões de descontinuidades que seriam críticas para a falha. A

1

interpretação destes resultados sob um ponto de vista mais prático permitiria um conhecimento mais realista sobre o verdadeiro impacto destas fases deletérias.

Neste contexto, este trabalho propõe diferentes "cenários" de tenacidade à fratura aplicados a estudos de caso para a determinação de dimensões críticas em equipamentos usuais da indústria do petróleo. Estes cenários foram baseados em tratamentos térmicos para promover a precipitação de fases intermetálicas e em requisitos de tenacidade exigidos por normas e códigos de projetos dos equipamentos analisados.

Como objetivos secundários e/ou indiretos, busca-se ainda revisar as diferentes metodologias de determinação da tenacidade utilizando a metodologia de CTOD e verificar os fenômenos micro-mecânicos envolvidos no processo de fratura dos AISD na presença de fases intermetálicas.

### 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 2.1. Aços inoxidáveis superduplex – Aplicações e Metalurgia

Em termos gerais, aços inoxidáveis superduplex são aços de composição química baseada nos elementos Fe, Cr e Ni que apresentam microestrutura nominalmente composta por 50% de ferrita e 50% de austenita [2]. Estes materiais foram criados ainda na década de 1920 e ao longo das décadas se apresentaram como soluções para diferentes problemas e aplicações. No entanto, é possível destacar como principal vantagem a combinação entre resistência à corrosão promovida pela austenita e uma resistência mecânica (propriedades à tração e tenacidade) relativamente alta, promovida pela ferrita.

A Tabela 1 apresenta a correlação entre as principais especificações ASTM e UNS para os aços AID e AISD, bem como a forma com que estes materiais são fornecidos:

ASTM standard	UNS	Forma do produto	
A 790/A 790M-91	\$31803,\$31500,\$32550,\$31200,\$31260,\$32304,\$32750,\$32900,\$32950	Tubos ( <i>pipes</i> ) com e sem costura	
A 240-91ª	S31200,S31260,S31803,S32304,S32550,S32750,S32900,S32950	Chapas para vasos de pressão (alta temperatura)	
A 182/A 182-90b	S31200, S31803	Flanges, válvulas e demais acessórios forjados ou laminados	
A 789/A 789M-90	\$31803,\$31500,\$32550,\$31200,\$31260,\$32304,\$32750,\$32900,\$32950	Tubos ( <i>tubing</i> ) com e sem costura	
A 276-91	S31803	Barras e tarugos	

A Figura 2 apresenta um corte no diagrama ternário Fe-Cr-Ni para um teor de 68% de ferro. Este diagrama é amplamente reconhecido como representativo de grande parte dos AID e AISD. Nele é possível identificar a região acima da linha *solvus* a partir da qual o material se solidifica completamente ferrítico. Para os AISD esta linha é encontrada normalmente na faixa entre 1250°C e 1350°C [3,4,5].



Figura 1 Diagrama de fases Fe-Cr-Ni, com 68% de Fe [5]

À medida que a temperatura do material é reduzida para baixo dessa linha, tem-se a precipitação de ilhas de austenita predominantemente nos contornos de grãos ferríticos, e em

seguida, esta passa a se precipitar também no interior dos grãos ferríticos [1,2]. A dinâmica de precipitação destas fases sofre influência de uma série de fatores, dentre os quais são normalmente destacados a composição química e a taxa de resfriamento. A Tabela 1 apresenta a composição química (principais elementos) de aços inoxidáveis em comparação com os AID e AISD.

Aços Inoxidáveis	Ni	Cr	Mo	N
AISI 316L	11.5	17.0	2.0	2
AISI 316LN	11.5	17.0	2.2	0.12
AISI 317L	13.0	18.5	3.2	0.08
AISI 317LN	13.0	18.5	3.2	0.12
Duplex 32301 - UR 35N	1.2	23.0	0.2	0.10
Duplex 32205 - UR 45N Mo	5.8	22.0	3.1	0.17
Duplex 322750 CLI/SAF2507	7.0	25.0	3.5	0.25
Duplex 32550/32520 UR52N+ (+1.5Cu)	7.0	25.0	3.5	0.25
Duplex 32760 - UR76N(10.7Cu, 10.8 W)	7.0	25,0	3.5	0.22

Tabela 2 Composição química de aços inoxidáveis[13]

A partir da transformação de parte da ferrita em austenita, elementos como o Ni, C, N e o Cu tendem a migrar da ferrita para a austenita. Já os elementos Cr, Mo, W tendem a permanecer na fase ferrítica. Cada elemento dará logicamente a sua contribuição na microestrutura final e consequentemente nas propriedades físicas, químicas e mecânicas.

O Cromo tem sua maior contribuição para os aços inoxidáveis amplamente conhecida pela formação de um filme de óxidos que promove a proteção destes aços contra a ação corrosiva dos meios aos quais estão expostos. Este elemento é reconhecidamente um favorecedor da formação de ferrita e também da precipitação de compostos intermetálicos [1,2,3]. O Molibdênio por sua vez tem grande contribuição na resistência à corrosão por frestas e atua de forma similar ao Cr no favorecimento da formação de estruturas cúbicas de corpo centrado e também na precipitação de compostos intermetálicos.

O Nitrogênio tende a promover a estabilização da austenita e consequentemente, a estabilização da liga em relação à precipitação de fases intermetálicas. Outra contribuição de grande importância para os AISD é o aumento da resistência mecânica e influência na tenacidade dos AISD pelo fenômeno de endurecimento por solução sólida [2,7]. Já o Níquel

é reconhecidamente um grande formador de austenita. Sua adição nos AID e AISD recebe atenção especial na combinação com os teores de Cr no sentido de atingir o balanceamento de fases(ferrítica e austenítica) final desejado.

Grande parte das aplicações dos AISD, e que são tratadas neste trabalho, tem como processo de fabricação a combinação entre conformação a quente, tratamentos térmicos de recozimento e resfriamento rápido a para recuperação das propriedades mecânicas. Para o AISD UNS 32750 as temperaturas de conformação variam entre 1025 e 1230°C. Já para o recozimento, esta etapa é realizada normalmente na faixa de 1025°C a 1125°C.

Analisando ainda a Figura 1, é possível verificar que a temperaturas abaixo de 900°C, não devem ser esperadas variações significativas entre as proporções de ferrita e austenita. Entretanto, é justamente abaixo desta região (1000°C-600°C) em que ocorre o fenômeno da precipitação de fases intermetálicas nos AISD [2,8].

Esta condição tem implicado em sérias restrições aos processos de conformação mecânica destes aços, e em muitos casos sendo recomendados inclusive tratamentos térmicos de solubilização após o processo de conformação, a fim de se evitar a presença destes compostos intermetálicos. A precipitação de intermetálicos tem ainda implicado em restrições adicionais, mais recentemente na soldagem destes materiais, devido ao aumento da sua aplicação em diferentes áreas da indústria do petróleo. Neste sentido, a soldagem destes materiais deve receber atenção especial na avaliação das condições necessárias e/ ou suficientes para a formação de fases intermetálicas.

#### 2.1.1. Aspectos da metalurgia da soldagem dos AISD

A soldagem dos AISD tem sido objeto de estudos desde a década de 1980, porém do ponto de vista de aplicação em equipamentos, recebeu suas contribuições mais relevantes no final da década de 1990[8,9,11,12]. A complexa composição química destas ligas desempenha um papel fundamental na composição final da sua microestrutura e também na sua dinâmica de precipitação de fases intermetálicas. São bem definidos [14] dois efeitos microestruturais básicos que podem ser provocados na soldagem: o desbalanceamento de fases e a precipitação de fases intermetálicas.

O balanceamento entre as fases austenita e ferrita após a soldagem sofre influência direta, dentre outros fatores, da taxa de resfriamento, que por sua vez é também função do aporte de energia associado ao processo de soldagem (*Heat Input*). Lipold [15] avaliou a influência do aporte térmico em diversos parâmetros dos aços AID e AISD como a quantidade de ferrita e o tamanho de grão ferrítico. O autor relata que esta influência é especialmente acentuada para o AID SAF2205, sendo que esta variação seria reduzida sensivelmente para os AISD 2507. A Figura 2 mostra a variação da quantidade de ferrita (*Ferrite Number*) em função do valor de aporte térmico para o processo de GTAW para estes dois aços [15].



Figura 2 Variação do Ferrite number em função do Heat Input (GTAW) [15]

Apesar do reconhecido efeito deletério do desbalanceamento de fases, principalmente na resistência mecânica e na resistência à corrosão, a precipitação de fases intermetálicas nos AISD é notadamente [16] tratada como o principal efeito deletério em relação às propriedades mecânicas destes materiais.

A Figura 3 mostra as regiões ou estágios de um ciclo térmico de soldagem para esta região. A região I está diretamente associada à dissolução, onde um aquecimento mais lento permitiria uma dissolução mais completa. A região II por sua vez está ligada ao crescimento de grão ferrítico que cresce de maneira diretamente proporcional à temperatura e ao tempo de exposição. Já a região III, está diretamente associada à dinâmica de precipitação de intermetálicos, isto é, o controle do tempo de resfriamento, principalmente na faixa de 1200°C a 600°C, possui papel fundamental na formação dos precipitados e em suas características.



Figura 3 Regiões principais de um ciclo térmico para AISD [4]

A linha solvus para os AISD varia normalmente entre 1250°C e 1350°C. Para o caso específico do AISD UNS32750, a linha se apresenta próxima ao limite superior desta faixa. Esta particularidade implica em um menor tempo na região II da Figura 3 durante a soldagem, o que tende a reduzir o efeito de crescimento de grão ferrítico, evitando assim um crescimento descontrolado. Lippold e Kotecki [15] reportam a influência da energia de soldagem no tamanho de grão ferrítico para os AID2207 e AISD2507. A Figura 4 apresenta os resultados obtidos pelo autor para as regiões da zona termicamente afetada (HAZ) e da linha de fusão (FZ).



Figura 4 Variação do tamanho de grão ferrítico em função do aporte térmico [15]

Diversos trabalhos têm mostrado que a precipitação de fases intermetálicas nos aços AISD é especialmente prevista para condições de baixas taxas de resfriamento, condições estas que estão normalmente associadas a processos que apresentem altos valores de aporte térmico e equipamentos com materiais de pequenas espessuras [16,17,18].

A Figura 5 mostra diagramas de resfriamento contínuo apresentados por Charles [14] para os aços UNS S32760 e UNS S32550. A análise da figura fornece como valores críticos para a precipitação valores de taxa de resfriamento da ordem de 5000°C/h e 1000°C/h para os dois aços, respectivamente. O autor relata ainda que para processos de soldagem dos aços AISD que utilizem temperaturas de interpasse da ordem de 150°C devem ser esperadas taxas de resfriamento bem superiores.



Figura 5 Diagrama de resfriamento continuo para os AISD 32760 e 32550 [19]

É sabido que um importante parâmetro para se avaliar a susceptibilidade de transformações de fases ou precipitações de fases deletérias consiste no intervalo de tempo  $\Delta t$  em que o material atravessa determinada faixa de temperaturas durante o seu resfriamento. Para aços carbono, são comuns as faixas entre 800°C e 500°C ou entre 1200°C e 800°C. De acordo com Gunn[18], para os AID e AISD a faixa entre 1100 °C 600°C seria bem mais representativa em relação à susceptibilidade à precipitação de fases intermetálicas.

Na soldagem de AISD 2507 são usualmente utilizados valores de aporte térmico na faixa de 0.2 a 1.5KJ/m, associados a temperaturas de interpasse inferiores a 150°C,

dependendo logicamente da espessura, do processo de soldagem e da configuração da junta, dente outros fatores[22,24]. Gunn[18] aplicou ciclos térmicos em diferentes graus de AISD 25%Cr, com o objetivo de simular soldas reais de tubos. O autor verificou que um tempo de resfriamento de 100s na faixa de 600°C-1150°C já seria suficiente para provocar precipitações de fases intermetálicas, ainda que em pequenas quantidades (1% de fração volumétrica ou menos). Giraldo[5] realizou também ciclos térmicos para simulação de soldagens multipasses de diferentes níveis de aporte térmico. A autora observou fases intermetálicas presentes nos contornos de grãos e que a intensidade de precipitação deve ser maior quanto maior for a energia de soldagem.

#### 2.1.2. Fases intermetálicas nos AISD

Em função das presenças significativas principalmente de Cr e Mo nos AISD, ao atravessar a faixa de temperaturas entre 1200° e 600°C os AISD são especialmente susceptíveis à precipitação de fases intermetálicas. Uma série de fatores pode influenciar nesta susceptibilidade e na configuração final destes aços como a condição de solubilização do material "como recebido"[24,18], composição química, temperatura, tempo de exposição, etc. A Figura 6apresenta curvas tipo TTT para o AISD SAF 2507.



Figura 6 Diagrama TTT para o AISD 2507 [14]

Apesar da grande quantidade de fases intermetálicas que podem ser formadas nos AISD, ao avaliar os efeitos em propriedades mecânicas, tem sido consenso [25,26] que devem merecer atenção especial as fases  $\chi e \sigma$ . Este consenso advém da combinação de dois fatores: O primeiro é relativo ao maior impacto destas duas fases nas propriedades mecânicas (especialmente na tenacidade) em relação às demais fases. O segundo fator consiste na facilidade de identificação e caracterização de ambas as fases, que podem ser detectadas por microscopia ótica. Por estas razões, este trabalho discutirá basicamente estas duas fases, ainda que as fases precipitadas sejam sempre tratadas como fases intermetálicas ou fases deletérias.

A fase  $\sigma$  consiste em um composto intermetálico de estrutura cristalina tetragonal, formada normalmente na faixa entre 600°C e 1100°C. Sua composição química é baseada nos elementos Fe-Cr-Mo , sendo estes dois últimos fortes formadores desta fase, onde o Mo se apresenta em quantidades da ordem de 8% [7,20]. Em função de a fase ferrítica possuir estes elementos em maiores teores (em relação à austenita), a nucleação da fase sigma tende a ocorrer preferencialmente nas interfaces ferrita-ferrita ou ferrita-austenita, onde a ferrita é decomposta em austenita + fase sigma.

A fase  $\chi$  por sua vez, é também um composto intermetálico baseado nos elementos Fe-Cr-Mo, entretanto com uma concentração significativamente maior de Mo (da ordem de 18%) do que a fase sigma [16,18]. Esta fase é formada em intervalos de temperatura mais restritos, normalmente entre 700°C e 900°C além de ser verificada em tempos mais curtos. Mesmo em condições em que não ocorra a presença da fase sigma nos AISD, deve ser esperada também uma perda de tenacidade significativa em função da presença da fase  $\chi$ [47].

As Figura 7 e Figura 8 mostram imagens de caracterização destas duas fases por microscopia ótica e eletrônica de varredura, respectivamente.



Figura 7 Imagem obtida por microscopia ótica (Ataque eletrolítico/NaOH) Microestruturas de AISD em marrom a fase sigma, em azul a fase chi, em cinza a ferrita, em branco a austenita.[21]



Figura 8 Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (Sem ataque químico). A fase sigma se apresenta mais clara e a fase chi mais escura [5]

# 2.1.3. Comparação entre fases intermetálicas geradas por tratamentos térmicos e por soldas reais

Em diversos trabalhos de avaliação dos efeitos destas fases deletérias [09,11,27,30] são realizados tratamentos isotérmicos (envelhecimentos) para promover a precipitação destas fases. Para estudos de fases intermetálicas geradas pelo processo de fabricação (conformação + solubilização) não devem ser esperadas mudanças significativas na morfologia e distribuição. Já para avaliação de soldas, apesar de não representarem de maneira fiel os ciclos térmicos associados à soldagem destes materiais, os tratamentos de envelhecimento se apresentam como uma alternativa mais viável e econômica, para a obtenção de fases intermetálicas.

É possível identificar dois aspectos em relação às diferenças de precipitados entre tratamentos isotérmicos e soldas reais. Uma primeira relacionada à morfologia das partículas precipitadas e outra relacionada ao tamanho das partículas associado à disposição em relação aos grãos ferríticos e austeníticos. Eventuais diferenças nestas características(morfologia e dimensão/distribução) poderiam implicar numa perda de representatividade ao se estudar o efeito de fases intermetálicas (por tratamento térmico) no comportamento estrutural de equipamentos com soldas. Entretanto, apesar de haver uma grande quantidade de trabalhos sobre tenacidade de AID e AISD, a quase totalidade destes trabalhos reporta resultados ora para amostras envelhecidas, ora para juntas soldadas sem a presença de intermetálicos, sendo raras as referências que tratassem destas duas condições para um mesmo material.

Borvik e colaboradores [35] verificaram a presença de fase sigma em acessórios de tubulações fabricados em AID de grau 2205 gerada pelo tratamento térmico realizado durante o próprio processo de fabricação, em que foram identificados dois níveis de precipitação de 1.3% de 9.4%. A Figura 9 mostra imagens dos dois níveis de precipitação em comparação com a condição de isenta de precipitados.



**Figura 9** Amostras de acessórios de tubulação fabricados em AID 2205 com fases sigma geradas durante o processo de fabricação. Microscopia ótica. [23]

Nilsson[16] destaca que tanto as fases sigma geradas por tratamento isotérmicos("*isothermally formed*") quanto aquelas geradas pela soldagem("*welding induced*") devem provocar queda da tenacidade. A Figura 10 apresenta a comparação entre as microestruturas com precipitação de fases intermetálicas geradas por soldas[16] e por tratamentos térmicos[36].



Figura 10 Comparação entre morfologia de fases intermetálicas geradas por soldagem (à esquerda) e por tratamentos térmicos(à direita). Microscopia ótica

Francis [37] reporta que fases intermetálicas geradas por tratamentos isotérmicos se apresentam dispostas de maneira mais concentrada, com dimensões da ordem de 10 a 20 microns. Já quando estas fases são geradas por ciclos térmicos de soldagem (soldagem real ou simulações) são normalmente esperadas partículas de segunda fase mais bem distribuídas e de dimensões da ordem de 1 a 10 microns.

Leonard, Woolin e Buxton [38] avaliaram a resistência à corrosão de soldas de aços inoxidáveis superausteníticos e superduplex sob diferentes valores (faixas) de energia de soldagem : de 0.9 a 1.6kJ/mm(tratados como de baixo aporte), de 1.1 a 2.0kJ/mm (tratados como de médio aporte) e entre 1.9 e 3.2kJ/mm (tratados como de alto porte). Estes níveis são considerados respectivamente, como dentro da prática industrial, no limite da prática industrial e acima da prática industrial. A Tabela 3 apresenta as relações entre aporte térmico e fração volumétrica de intermetálicos obtidas pelos autores:

	Fração Volumétrica Máxima (%)					
Metal Base	Baixa Energia	Média Energia	Alta Energia			
A (UNS S31254)	1.8	2.1	2.4			
	(0.70)	(0.7)	(0.8)			
B (UNS S32760)	0.2	0.8	1.7			
	(0.4)	(0.7)	(1.0)			
C (UNS S32750)	0.8	2.6	1.3			
	(0.7)	(1.1)	(0.8)			
D (UNS N08825)	2.3	2.8	2.7			
	(0.7)	(0.6)	(0.8)			

 Tabela 3 Relação entre aporte térmico (Número superior) e fração volumétrica de precipitados(Número inferior entre parênteses) [38]

De acordo com os autores, as partículas de precipitados geradas pelas soldas em geral apresentam dimensões e morfologias irregulares. Entretanto, foi possível identificar uma tendência à formação de partículas alongadas nas interfaces ferrita-austenita, com 1-2µm de largura e até 10 µm de comprimento. Um dos fatores que poderiam contribuir neste sentido é o fato da maior tendência de as fases intermetálicas se precipitarem a partir de finas regiões ferríticas localizadas entre ilhas de austenita. Como a austenita não contribui para a formação de intermetálicos, a extensão destes compostos ficaria limitada à extensão desta região ferrítica. A Figura 11 apresenta micrografias obtidas pelos autores:



Figura 11 Fases intermetálicas precipitadas em soldas reais do AISD UNS 32760. Microscopia ótica(esquerda) e microscopia eletrônica de varredura (direita)

Fases intermetálicas foram encontradas também em soldas de tubulações industriais fabricadas em AISD 25%Cr. A Figura 12 Fases intermetálicas verificadas metal de solda de AISD. Microscopia ótica [39][39] apresenta outro exemplo de precipitação destas fases em soldas reais de AISD.



Figura 12 Fases intermetálicas verificadas metal de solda de AISD. Microscopia ótica [39]

Resultados similares foram ainda verificados por Pardall et al [40], em réplicas metalográficas realizadas em soldas de tubulações de processo fabricadas em AISD (25%Cr). Para a qualificação do procedimento de identificação de fases intermetálicas os autores realizam testes em amostras do mesmo material que foram submetidas a tratamentos térmicos de envelhecimento para a geração destas fases. A Figura 13 apresenta as fases identificadas nas amostras tratadas termicamente e a Figura 14 apresenta a microestrutura encontrada em campo (soldas reais).



Figura 6: Réplicas das amostras tratadas isotermicamente a 800°C durante 45 e 60 minutos, respectivamente.

Figura 13 Fases intermetálicas detectadas por replicas metalográficas em material tratado isotermicamente (800°C por 45 e 60 minutos respectivamente [40]



Figura 14 Fase sigma encontrada em ZTA de soldas de tubulação de processo em AISD [40]

Gunn [09] avaliou a variação da tenacidade provocada pela presença de fases intermetálicas deletérias geradas por tratamentos isotérmicos nos aços UNS 32550, S32750 e S32760. As temperaturas de tratamento variaram entre 300°C e 1000°C (a cada 100 °C) sendo todos os tratamentos realizados por um mesmo tempo de dez minutos. A precipitação de fases intermetálicas foi observada na faixa de 800°C a 1000°C, tendo precipitação máxima a 900°C. O AISD UNS32750 apresentou maior precipitação de fase sigma entre os três aços citados (18±3.9%) numa morfologia composta por ripas grandes e partículas precipitadas em contornos de grãos, além de um constituinte eutetóide  $\sigma+\gamma$ 2 e da fase  $\chi$ . A Figura 15 mostra as morfologias encontradas nos aços UNS32550 e UNS 32760, tratadas a 900°C:



Figura 15 Disposição de fases intermetálicas em AISD com envelhecimento [11]

Com base nos resultados de ensaios de impacto de amostras destes três aços envelhecidos, o mesmo trabalho ainda sugere que a morfologia e a fração volumétrica (esta última a partir de certo ponto) destes precipitados não apresentariam um papel crítico no fenômeno da fratura. O autor destaca que a morfologia não teria efeito significativo, mesmo reconhecendo que soldagens reais podem promover a precipitação de fases intermetálicas com morfologias distintas.

Apesar das diferenças entre a forma de geração de precipitados (tratamentos térmicos x ciclos de soldagem), é possível verificar que não há uma relação consolidada na literatura entre características de fases intermetálicas e propriedades mecânicas. Isto é, seria difícil garantir (com base nas referências analisadas) que, por exemplo, a diferença entre dimensões de partículas geradas pelas duas formas teria papel quantitativo significativo na tenacidade à fratura do material analisado.

Desta maneira, acredita-se que a utilização de amostras de aços AISD com distribuição uniforme de precipitados (submetida a tratamento térmico) é adequada a estudos de comportamento à fratura, desde que, caso estes valores de tenacidade venham a ser aplicados em avaliações de mecânica da fratura (como é proposto neste trabalho), esta aplicação seja correspondente se considerar uma solda (por toda a espessura) com a mesma fração volumétrica de intermetálicos correspondente (e não só na região da raiz). Acredita-se que esta abordagem garantiria o conservadorismo nas avaliações e a segurança em relação à integridade da solda, independente da morfologia dos precipitados obtidos.

# 2.1.4. Tratamentos térmicos de envelhecimento para precipitação de fases intermetálicas

Tratamentos isotérmicos realizados por Pardal et al [42] mostram que na faixa de temperaturas entre 800°C e 900°C, tempos de envelhecimento da ordem de 10 minutos já seriam suficientes para provocar precipitações de fases deletérias. Entretanto, os resultados obtidos mostram uma sensível dependência do tamanho de grão, de maneira que grãos maiores tendem a retardar e reduzir o efeito da precipitação de fases intermetálicas. A Figura 16 apresenta quantidades de fases deletérias em função dos tamanhos de grão e das temperaturas de envelhecimento, encontradas por Pardal et al para dois tipos de AISD 2507.

	Ferrite ( $\delta$ )			Austenite (y)		
Material	Amount	Grain size		Amount	Grain size	
	(%)	μm	ASTM no.	(%)	μm	ASTM no.
SD-A	55.05	29.42	12.1	44.95	24.75	12.3
SD-B	49.95	132.36	9.9	50.05	138.32	9.9



Figura 16 Relação entre precipitação de fases deletérias e tempo de envelhecimento [42]

O mesmo autor realizou tratamentos térmicos em AISD UNS32750 para temperaturas de 900°C e 800°C para avaliar o impacto de diferentes técnicas de quantificação de fases. A Figura 17 apresenta os resultados obtidos. Apesar da variação imposta pelas técnicas, é possível verificar a diferença bem acentuada entre as quantidades de intermetálicos geradas entre as duas temperaturas.



Figura 17 Percentual de fases intermetálicas em relação ao tempo de tratamento e técnicas de quantificação de fases[42]

De acordo com Pohl [43], diferentes temperaturas de tratamentos isotérmicos podem conferir morfologias distintas à fase sigma. De maneira geral, esta fase quando precipitada em temperaturas da ordem 750°C tende a apresentar uma estrutura tipo "coral" (" *coral-like structure*") com placas de fase sigma menores e distribuídas sob forma de rede("*net-like morphology*"). Já para temperaturas da ordem de 950°C os precipitados se mostram maiores e mais compactos, ainda que mantendo a ligação entre as "placas" ou cristais de maneira marginal. A morfologia característica da temperatura de 850°C tende a se apresentar num estágio intermediário entre as duas formas. A Figura 18 ilustra as morfologias descritas.



Figura 18 Morfologias distintas para diferentes temperaturas tratamento isotérmico [43]

#### 2.2. Avaliação de tenacidade à fratura dos aços inoxidáveis Superduplex

Neste item são discutidos os principais aspectos relacionados à influência da presença de fases intermetálicas na tenacidade à fratura dos aços AISD. Entretanto, para permitir uma avaliação mais contundente e embasada, são discutidos inicialmente os principais conceitos de mecânica da fratura associados às definições de tenacidade e execução de ensaios de tenacidade à fratura.

#### 2.2.1. Considerações gerais sobre conceitos de Mecânica da Fratura

Até a o início século XX, a ideia de resistência à fratura dos equipamentos era baseada na teoria da resistência dos materiais, utilizando basicamente dois parâmetros: a máxima tensão aplicada (ou tensões equivalentes) e a resistência mecânica do material. Esta metodologia tratava ainda os equipamentos como contínuos, isotrópicos e homogêneos. Isto é, os defeitos encontrados por ocasião de uma inspeção por ensaios não-destrutivos não eram tolerados, o que obrigava muitas vezes que o equipamento, ou algum componente, fosse substituído. Naturalmente, esta política de manutenção era responsável por grande impacto nos custos dos projetos e / ou consideráveis atrasos na produção.

As primeiras alterações nesta concepção foram desenvolvidas e propostas por Griffith [63] na década de 1920, ao considerar que um determinado material (equipamento) que contivesse um defeito poderia ainda assim apresentar certa resistência ou tolerância a este defeito, não ocorrendo assim a falha total do equipamento. As análises de Griffith utilizavam parâmetros de energia para caracterizar a resistência de materiais considerados frágeis e que apresentavam um comportamento linear-elástico. Ainda na década de 1930, Westergard [71] estudou o efeito da presença de descontinuidades na concentração de tensões aplicadas em estruturas, formulando equações que descreviam o estado de tensões na região próxima à ponta deste defeito. Na década de 1950, Irwin [69] utilizou as equações desenvolvidas por Westergard para definir um parâmetro que representasse este estado de tensões alterado, e o definiu como o parâmetro K(KI,KII ou KIII), que além de representar uma "força motriz" para a fratura também passou ser adotado como um critério de falha.

O critério de falha desenvolvido por Westergard, e complementado por Irwin com o parâmetro K, supõe que uma trinca se propagaria de maneira irreversível (Fratura instável) quando o fator de intensidade de tensão atingisse um valor critico. Este valor crítico é então considerado uma propriedade do material para condições definidas (como temperatura e velocidade de carregamento), e define a tenacidade à fratura do material. Esta constante representa a resistência do material à propagação instável da trinca, em outras palavras, resistência à fratura frágil.

Apesar da evolução dos conceitos da mecânica da fratura para determinação de um parâmetro que descrevesse e quantificasse a solicitação aplicada a uma estrutura contendo um defeito planar, até a década de 1970 não havia ainda procedimentos padronizados para a determinação prática de um parâmetro que caracterizasse a tenacidade à fratura dos materiais. Na década de 1960, falhas ocorridas em carcaças de motores motivaram a criação de um comitê da ASTM para o desenvolvimento de um procedimento para a determinação do parâmetro  $K_{IC}$ . Em 1970, como resultado do trabalho deste comitê, foi publicada a norma ASTM E399, que definia procedimentos para a determinação do parâmetro teve grande aceitação na engenharia de modo geral, principalmente na indústria aeronáutica.

Entretanto, foi verificado que uma grande quantidade de materiais, como a maior parte dos aços, não atendia aos requisitos e/ou critérios exigidos para a obtenção de valores de  $K_{IC}$  válidos, em função de sua alta tenacidade. Desta maneira, a obtenção de parâmetros que descrevessem e previssem a fratura em materiais mais tenazes ainda se manteve como um desafio para a engenharia. Neste contexto, ganhou grande aplicabilidade o conceito de abertura de trinca, ou o CTOD (*Crack Tip Opening Displacement*).

O ensaio para a determinação de CTOD consiste basicamente em submeter um corpo de prova com uma trinca pré-existente a um carregamento monotônico, sob controle de deformação(taxa de deformação constante), que induza a abertura desta trinca. Durante o ensaio, o espécime atinge um nível de carregamento limite, a partir do qual o mesmo apresentaria ruptura catastrófica ou haveria uma redução gradual na carga aplicada, de maneira a manter a taxa de deformação desejada. A Figura 19 ilustra um corpo de prova do tipo SE(B) e suas dimensões principais. Ao ser aplicado o carregamento P, considera-se que o corpo de prova é submetido a uma rotação, na qual o centro ou eixo de rotação, está situado entre a ponta da trinca e a superfície oposta do espécime.



Figura 19 Esquema ilustrativo do ensaio de um corpo de prova SE(B)

Onde:

W: Largura do corpo de prova

Vp: CMOD(Crack Mouth Opening Displacement)

a : comprimento do entalhe somado à pré-trinca de fadiga

r: fator rotacional

z: Altura das "Knife Edges" usadas para a medição do Vp

Como resultado primário destes ensaios, obtém-se um gráfico que relaciona a carga aplicada com a abertura da trinca ou da carga aplicada com o deslocamento do ponto de aplicação da carga. Embora ambos os resultados sejam aceitos, o primeiro é normalmente mais utilizado e simplesmente por esta razão este trabalho se restringirá aos resultados de carga x deslocamento de abertura de trinca. A Figura 20 apresenta de forma qualitativa os três tipos de gráficos que podem ser obtidos em ensaios de CTOD, independentemente do procedimento utilizado.



Figura 20 Gráficos carga x deslocamento de abertura de trinca [72]

Gráficos do tipo  $\delta_c$  estão reconhecidamente relacionados a comportamentos e materiais frágeis, que apresentam instabilidade quando atingem uma condição critica de carga ou de abertura (CMOD). Os gráficos do tipo  $\delta_u$  apresentam níveis de plastificação apreciáveis na região da ponta da trinca, que são traduzidos pela não linearidade do gráfico. Entretanto, ao atingirem sua condição crítica apresentam também fratura instável. Os gráficos do tipo  $\delta_m$ , por sua vez, são reconhecidamente representativos de comportamento dúctil dos materiais com seu aspecto de platô ou de patamar. Neste caso, o material apresenta intensa plastificação (não linearidade), atinge um nível de carga máxima e em seguida a carga começa a ser reduzida (ensaios realizados em controle de deslocamento).

Como opções para o tratamento dos resultados e determinação do parâmetro CTOD, atualmente são amplamente aceitos os procedimentos BS-7448[60] e ASTM 1290[61]. Atualmente, estes procedimentos diferenciam-se pelas concepções do fenômeno da fratura (abordagem geométrica x abordagem energética) e consequentemente pelas equações utilizadas, o que por sua vez tem provocado divergências nos valores de CTOD obtidos de um mesmo ensaio. Tanaka et al[71] realizaram ensaios de CTOD em aços carbono API 5L, aplicando as duas metodologias. Os resultados fornecidos pela metodologia ASTM se mostraram da ordem de até 30% superiores aos resultados fornecidos pela norma BS.

#### 2.2.2. Método de Rótula plástica

Em 1961, Wells realizou ensaios de  $K_{IC}$  em aços estruturais e propôs que o processo de fratura poderia ser controlado pela abertura da ponta da trinca, pois de maneira análoga ao fator  $K_{IC}$ , existiria uma abertura crítica de trinca, a partir da qual ocorreria a fratura(ou redução da carga, como nos gráficos do tipo  $\delta_m$  da Figura 20 Assim, Wells desenvolveu o conceito de CTOD (*Crack Tip Opening Displacement*) que poderia ser relacionado com o fator de intensidade de tensões  $K_I$ , em função do estado de tensões atuante. Desta forma, o parâmetro CTOD ( $\delta$ ) foi proposto para caracterizar as condições de solicitação na ponta da trinca próximo ao limite da validade da MFLE (*Small Scale Yielding*):

 $\delta = \frac{K_I^2}{m \cdot \sigma_{\text{YS}} \cdot E}$ , onde m é um fator adimensional que varia entre 1.0 para o estado de

tensão plana e 2.0 para o estado de deformação plana.

Foram atribuídas diferentes definições geométricas para o parâmetro CTOD. Entretanto, a mais aceita e utilizada pelas principais normas de ensaios foi a sugerida por J. Rice em que o CTOD é igual à hipotenusa de um triângulo formado por duas linhas imaginárias (catetos) que saem do centro da ponta da trinca, formando um ângulo de 90 graus. A Figura 15 ilustra a definição adotada como a mais correta.



Figura 21 Definições consideradas para o parâmetro CTOD [6]

O CTOD para corpos de prova do tipo SE(B) pode ser definido pela soma entre as componentes elástica e plástica, isto é,  $\delta = \delta_{el} + \delta_{pl}$ . Para a componente plástica, com base nas figuras Figura 19 e Figura 21, é possível obter a relação [74]:
$$\frac{\delta_p^{rp}}{r_p \cdot (W-a)} = \frac{V_p}{r_p \cdot (W-a) + a} \Longrightarrow \delta_p^{rp} = \frac{r_p \cdot (W-a) \cdot V_p}{r_p \cdot (W-a) + a}$$
Equação 1

Já para a componente elástica, com base na Figura 19, é definida a relação:

$$\delta_e^{rp} = \frac{K_I^2 \cdot (1 - \nu^2)}{2 \cdot \sigma_{ys} \cdot E}$$
Equação 2

Onde:

- v é Coeficiente de Poisson
- E é o módulo de Elasticidade do material
- $\sigma_{_{YS}}$  é Limite de escoamento do material
- $K_{I}$ é o fator de intensidade de tensões definido pela relação  $K_{I} = \frac{P \cdot S}{B \cdot W^{3/2}} f(a/w)$  ("P" sendo a carga máxima obtida durante o ensaio.
- $f(a/w) \acute{e}$  um fator de correção geométrico definido pela relação  $f(a/w) = \frac{3 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^{1/2} \cdot \left[1.99 - \left(\frac{a}{W}\right) \cdot \left(1 - \frac{a}{W}\right) \cdot \left(2.15 - 3.93 \cdot \left(\frac{a}{W}\right) + 2.7 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)^2\right)\right]}{2 \cdot \left(1 + 2 \cdot \left(\frac{a}{W}\right)\right) \cdot \left(1 - \left(\frac{a}{W}\right)\right)^{3/2}}$

Desta maneira, a relação para o CTOD final (ou total ) pela metodologia da rótula plástica, fica sendo:

$$\delta^{rp} = \frac{K_I^2 \cdot (1 - v^2)}{2 \cdot \sigma_{ys} \cdot E} + \frac{r_P \cdot (W - a) \cdot V_P}{r_P \cdot (w - a) + a}$$
Equação 3

### 2.2.3. Método η

Esta metodologia consiste na conversão da integral J para valores de CTOD utilizando os fatores propostos nas normas ASTM 1820 e ASTM 1290. Sob a ótica de ensaios de CTOD, o método η pode ser descrito como uma abordagem energética do processo de fratura, através da qual a energia de deformação na abertura da trinca seria quantificada indiretamente pela área sob a curva carga x CMOD, obtida durante o ensaio [62]. A Figura 22 mostra o gráfico carga x CMOD com a área plástica sob a curva.



Figura 22 Componentes Elástica e plástica da curva carga x CMOD[62]

Segundo estes documentos, a integral J pode ser obtida para todos os corpos de prova pela relação:

$$J = J_{el} + J_{pl} = \frac{K_{I}^{2} \cdot (1 - v^{2})}{E} + \frac{\eta_{pl} \cdot A_{pl}}{B \cdot b_{0}}$$
 Equação 4

Onde :

 $K_1$ , v e E foram definidos no item 2.2.2

 $\eta$  é um fator adimensional que relaciona a energia de deformação plástica (representada pela área sob a curva) com a área à frente da trinca

 $b_0$ é o ligamento remanescente definido por (W-a)

 $A_{pl}$ é a área plástica sob a curva (Figura 62)

No final da década de 1970, Shih (citado por T.L.Anderson[6]) verificou que existiria uma relação única entre J e CTOD, através da qual estes dois parâmetros poderiam ser utilizados como fatores que caracterizam o processo de fratura. Desta maneira, a partir do cálculo de J os valores de CTOD podem ser obtidos pela relação[6]:

$$\delta = \frac{J}{m \cdot \sigma}$$
 Equação 5

Onde  $\sigma$  é a tensão de referência (normalmente considerada como o limite de escoamento do material) e m é o fator de conversão que varia normalmente entre 1,0 para a condição de estado plano de tensões e 2,0 para o estado plano de deformações. O parâmetro m, portanto, relaciona a energia de deformação na ponta da trinca com a deformação física na mesma região. A norma ASTM 1820 fornece a seguinte relação para determinação do parâmetro m.

$$m = A_0 - A_1 \cdot \left(\frac{\sigma_{YS}}{\sigma_{TS}}\right) + A_2 \cdot \left(\frac{\sigma_{YS}}{\sigma_{TS}}\right)^2 - A_3 \cdot \left(\frac{\sigma_{YS}}{\sigma_{TS}}\right)^3$$
Equação 6  
Onde :

 $A_{0} = 3,18 - 0,22 \cdot (a_{0} / w)$  $A_{1} = 4,32 - 2,23 \cdot (a_{0} / w)$  $A_{2} = 4,44 - 2,\cdot 29(a_{0} / w)$ 

 $A_3 = 2,05 - 1,06 \cdot (a_0 / w)$ 

Desta maneira, o parâmetro CTOD " $\delta^{\eta}$ " pode ser determinado pela relação:

$$\delta^{\eta} = \frac{1}{m \cdot \sigma_{ys}} \cdot \left( \frac{K_I^2 \cdot (1 - \nu^2)}{E} + \frac{\eta \cdot A_{pl}}{B \cdot b_0} \right) \cdot$$
 Equação 7

Kirk e Dodds [71] propuseram a estimativa do parâmetro CTOD a partir da energia plástica associada ao carregamento durante o ensaio (*plastic work*) com base na determinação do parâmetro  $\eta$ . Seus resultados mostraram que este parâmetro seria independente do nível de encruamento do material quando associado ao deslocamento CMOD, o que permitiria que fosse aplicado para diferentes tipos de material (coeficientes de encruamento do modelo de Ramberg-Osgood). Entretanto, apesar desta grande aplicabilidade do fator  $\eta$  para diferentes materiais, a princípio a aplicação da metodologia  $\eta$  seria limitada a materiais que atendessem ao modelo de Ramberg-Osgood. Não foram encontradas referências que avaliassem a validade das equações da metodologia para materiais que não atendessem ao modelo referido.

O mesmo trabalho mostra que o fator  $\eta$  sofre influência do comprimento do entalhe dos corpos de prova. Esta geometria foi representada pela profundidade relativa da trinca, isto é, a relação entre a profundidade do entalhe e a largura W do corpo de prova. Assim, Shi e German propõem uma relação entre o fator  $\eta$  e a razão a/w, através de um polinômio de 2° grau. Esta relação é utilizada atualmente pela norma ASTM 1290[61].

$$\eta = 3.785 - 3.101 \cdot (a/w) + 2.108 \cdot (a/w)^2$$
 Equação 8

Ainda que a abordagem energética (e também o método da rótula plástica) considere a ocorrência de deformação plástica na região da ponta da trinca, as equações desenvolvidas e utilizadas são baseadas na condição de escoamento em pequena escala(*small scale yielding*), isto é, para que as equações sejam válidas, é necessário garantir-se que a região à frente da trinca submetida à deformação plástica (zona plástica) está restrita a uma região muito pequena e próxima à ponta da trinca(região de validade das equações de CTOD). A Figura 23 ilustra as regiões de validade das equações para os fatores K e CTOD, bem como a zona plástica formada na vizinhança da ponta da trinca [72].



Figura 23 Regiões de validade dos parâmetros K e CTOD e a zona plástica [72]

Para garantir a validade das equações nesta condição limite é utilizado normalmente o parâmetro M ou limite de deformação M, definido pela relação  $M = \frac{b \cdot \sigma_{ys}}{I}$ , onde b é o ligamento (Figura 12),  $\sigma$ ys o limite de escoamento de escoamento do material e J o valor de J aplicado ao corpo de prova [62].

A norma ASTM 1820[62] propõe um valor máximo de 20 para o fator M. Desta maneira, pode ser determinado o valor máximo de J(ou CTOD) que seria tratado como válido, isto é, acima deste valor máximo as soluções propostas para CTOD não forneceriam valores confiáveis em função do alto nível de deformação do corpo de prova. Em outras palavras, só deveriam ser tratados como válidos (ou como precisos) resultados inferiores a um CTOD máximo, correspondente a um fator M igual a 20. Desta maneira, os valores determinados acima dos limites definidos seriam na verdade inconsistentes. Entretanto, é fundamental ressaltar que os valores determinados acima destes limites, ainda que imprecisos, representam uma condição conservadora que atende de maneira muito prática e viável a utilização e a aplicação destes conceitos e valores.

### 2.2.4. Efeito de fases deletérias na tenacidade a fratura mecânicas dos AISD

Desde a década de 1990, o efeito das fases intermetálicas na tenacidade destes materiais vem recebendo atenção crescente em função do aumento da aplicação destes aços em condições cada vez mais severas e em serviços de grande responsabilidade. Topolska et al [27] avaliaram o efeito de fases intermetálicas na tenacidade ao impacto de AID e AISD submetidos a tratamentos térmicos de envelhecimento em diversas condições. É possível verificar que as maiores reduções de tenacidade foram obtidas para tratamentos de envelhecimento na temperatura de 800°C, na qual apenas 6 minutos de tratamento foram suficicientes para drásticas reduções na tenacidade. A Figura 24 mostra a relação entre os tempos e temperaturas de tratamento com a energia de impacto obtida.



Figura 24 Resultados de ensaios de charpy em função de tratamentos térmicos (AISD UNS 32750) [27]

Trabalhos publicados por Dhooge[49,50] apresentam resultados de ensaios de CTOD para juntas soldadas (metal de solda e ZTA) de aços inoxidáveis duplex UNS 31803 e superduplex UNS32760. As juntas soldadas de superduplex foram confeccionadas pelos processos de eletrodo revestido e arco submerso, sendo avaliada a tenacidade à fratura (posição do entalhe) nas regiões do metal de solda e da zona termicamente afetada (linha de fusão). Para as soldas em eletrodo revestido ensaiadas a -40°C, os resultados mínimos obtidos foram de 0.20mm e 0.40mm para a o metal de solda e para a linha de fusão, respectivamente. Os autores relatam que foram observadas curvas carga x CMOD do tipo m associadas a fraturas dúcteis mesmo sob temperaturas de -60°C. Nas soldas por arco submerso, ambas as regiões apresentaram valores de CTOD da ordem de 0.3mm ainda sob a temperatura de -40°C.

Gunn[9] verificou reduções significativas na tenacidade ao impacto de soldas de aços AISD para frações de fases intermetálicas mínimas (abaixo do limite de detecção). Gunn também mostrou que a partir de 0,5% de fases intermetálicas já deve ser considerável a redução na tenacidade à fratura. Para condições que apresentem quantidades de fases intermetálicas maiores que 8%, esses aumentos passam a não ter mais efeito na tenacidade. A Figura 25 mostra os resultados de CTOD encontrados por Gunn [9].



Figura 25 Tenacidade à fratura em função da precipitação de intermetálicos[9]

Na análise dos gráficos carga x CMOD, o autor [9] discute que a presença de fase sigma estava normalmente associada a uma redução da extensão do patamar, ou platô, das curvas (área sob a curva). Na sua interpretação, a presença de fases intermetálicas tenderia a reduzir a resistência ao rasgamento dúctil, que seria representada nas alterações das curvas do tipo m se aproximando das curvas do tipo u e c. A grande peculiaridade a ser destacada neste comportamento dos aços AISD consiste na obtenção de curvas do tipo m (que estariam normalmente associados a materiais dúcteis) resultando em valores de CTOD inferiores a 0.1mm (valores que são normalmente obtidos de materiais frágeis, que apresentam clivagem). A Figura 26 mostra as curvas carga x COD obtidas por Gunn.



Figura 26 Gráficos Carga x deslocamento de abertura de trinca obtidos por Gunn[9]

Resultados similares aos encontrados por Gunn[9] foram obtidos recentemente em ensaios de CTOD[8] realizados em corpos de prova removidos de soldas de bocais de um vaso de pressão/Separador de Produção (*Oil Dehydrator*) fabricado em superduplex UNS32750 pelo processo de arame tubular. Algumas soldas apresentaram trincamento logo após a soldagem, em função da utilização de consumíveis de baixa qualidade. A análise das amostras [7] constatou a presença de fases intermetálicas na região da ZTA. Os corpos de prova de CTOD tiveram os entalhes posicionados no metal de solda. A Figura 27 mostra a posição do entalhe em relação à junta soldada.



Figura 27 Posicionamento do entalhe em corpos de prova de UNS32750 [8]

Foram obtidos valores de CTOD extremamente baixos, da ordem de 0.05mm, associados a gráficos carga x CMOD do tipo m. Isto é, diferentemente do usual, foram encontrados valores extremamente baixos de CTOD, normalmente associados a comportamentos frágeis, acompanhados de comportamento dúcteis (gráficos do tipo m).

A Figura 28 mostra um dos gráficos obtidos associados a valores de CTOD.



Figura 28 Gráfico carga x CMOD obtidos em ensaios de CTOD em AISD 2507 [8]

Em função das referências analisadas e dos resultados encontrados na literatura, é possível resumir o contexto do presente trabalho em alguns tópicos principais:

• A demanda recente da indústria do petróleo por materiais mais resistentes à corrosão tem aumentado significativamente a utilização dos aços inoxidáveis duplex e superduplex em equipamentos como tubulações e vasos de pressão. Em função da complexa composição química dos AISD, estes materiais são especialmente susceptíveis à precipitação de fases intermetálicas, seja durante sua fabricação (conformação e tratamento de solubilização), seja durante a soldagem.

• A presença de fases intermetálicas possui grande influência nas propriedades mecânicas dos AISD, em especial na sua tenacidade à fratura, conforme visto em extensa literatura. No entanto, ainda que haja diferenças entre as morfologias de partículas de fases intermetálicas geradas por tratamentos térmicos e por ciclos de soldagem, ainda não está consolidada uma relação entre cada tipo de morfologia e a tenacidade correspondente.

• São raras as referências que tratam sobre a influência efetiva da redução da tenacidade na integridade de equipamentos fabricados em AISD. Portanto, ainda que ocorram quedas de tenacidade significativas, não está consolidada a relação entre a presença de intermetálicos e o risco de falha (fratura) dos equipamentos.

## 3. METODOLOGIA E MATERIAIS

### 3.1. Objetivos

Este trabalho tem por objetivo básico avaliar o impacto de fases intermetálicas na tenacidade e na integridade de equipamentos fabricados em aço AISD UNS32750, através de ensaios de tenacidade à fratura – CTOD e conceitos de mecânica da fratura aplicada a equipamentos. Como objetivos detalhados, são destacados:

- Verificar e quantificar o efeito de fases intermetálicas na tenacidade à fratura do aço AISD UNS32750, comparando as metodologias propostas pelas normas ASTM 1290 e BS7448.
- Verificar e comparar resultados de tenacidade obtidos de ensaios com critérios de tenacidade de normas e códigos de projeto de equipamentos fabricados em aço AISD, através da aplicação dos conceitos de mecânica da fratura.
- Revisar e discutir as diferentes metodologias de determinação de CTOD e o seu impacto na aplicação da mecânica da fratura

Adicionalmente, este trabalho visa ainda enriquecer as seguintes discussões:

- Caracterizar as condições de tratamentos térmicos necessárias e/ou suficientes para a precipitação de fases intermetálicas no AISD UNS32750.
- Verificação das propriedades mecânicas do material em questão e o atendimento ao modelo de Ramber-Osgood e a determinação do parâmetro n (fator de encruamento), para as diferentes condições de material analisadas.
- Discutir aspectos micro-mecânicos da fratura do aço AISD UNS32750 contendo fases intermetálicas.

## 3.2. Matriz de Ensaios e Materiais

O material a ser estudado foi fornecido na forma de tubo de 6 polegadas de diâmetro nominal com espessura de aproximadamente 15mm, de fabricação SANDVIK( SAF2507). A Tabela 4 apresenta os ensaios previstos neste trabalho bem como as condições avaliadas e o objetivo de cada um deles. É importante destacar que a condição de "com intermetálicos" não representa apenas uma única condição, mas será aplicada para cada condição diferente de presença de intermetálicos a ser definida, conforme será discutido mais adiante.

Tipo de ensaio	Descrição / Objetivo
Metalografia por MO	Caracterizar microestrutura das condições como recebido e com
	fases intermetálicas
Metalografia por MEV	Confirmar presença de fases intermetálicas e caracterizá-las por
	análise química (EDS)
Ensaios de Tração	Avaliar influência de precipitados nas propriedades à tração
Ensaios de CTOD	Avaliar influência de intermetálicos na tenacidade à fratura
Análise fractográfica (MEV)	Caracterizar modo de falha dos corpos de prova de tração e CTOD

Tabela 4 Descrição da Matriz de Ensaios

Os corpos de prova de CTOD têm seu comprimento na direção longitudinal do tubo e os entalhes foram realizados no plano da espessura. De maneira similar, os corpos de prova de tração foram retirados do tubo de maneira que seu comprimento fosse orientado ao eixo longitudinal do tubo. A Figura 29 apresenta o esquema de retirada de amostras.



Figura 29 Posição de extração dos corpos de pova de tração e CTOD

#### 3.3. Quantificação de fases

A quantificação de fases consistiu basicamente de duas abordagens, a primeira relativa à quantificação da relação austenita/ferrita e a segunda relativa à quantificação das fases intermetálicas e da fase ferrítica. Para ambas as abordagens foram realizadas vinte medições para todas as condições apresentadas. As análises metalográficas foram realizadas com a utilização de um microscópio ótico OLYMPUS BX60M em conjunto com o programa de aquisição de imagens *Axiovision 4.5* para a determinação das porcentagens de fases (fração volumétrica). A Figura 30 ilustra as imagens obtidas para a análise das frações volumétricas.



Figura 30 Análise metalográfica do AISD 2507 como exemplo de imagem para quantificação de fase(austenita). Microscopia Ótica

Na primeira abordagem, foi realizado um ataque eletrolítico por hidróxido de Sódio (NaOH) para quantificação da relação austenita/ferrita. Nestas medições, foram quantificadas as porcentagens de austenita e as porcentagens ferríticas foram consideradas como complemento aos 100%. Já para a segunda abordagem, foi realizado um ataque eletrolítico por hidróxido de potássio (KOH) para a quantificação das fases intermetálicas. Foram realizadas vinte medições para cada condição de tratamento térmico e a fração volumétrica da fase ferrítica foi considerada como o complemento de 100% em relação às medições de austenita somadas às medições de fases intermetálicas.

## 3.4. Ensaios de Tração

Para a caracterização das propriedades mecânicas do material estudado foram realizados ensaios de tração complementados pela a verificação do atendimento ao modelo de Ramberg-Osgood. . Os ensaios foram realizados em uma máquina servo-hidráulica MTS 100KN. A Figura 31 mostra o equipamento utilizado para os ensaios e tração:



Figura 31 Máquina de ensaios mecânicos universal MTS utilizada para ensaios de tração

Os corpos de prova foram usinados e ensaiados de acordo com a norma ASTM A370. A Figura 32 apresenta um dos corpos de prova ensaiados. Os ensaios foram realizados a uma taxa de deformação (deslocamento de travessão) de1mm/minuto a uma temperatura média de 22°C.



Figura 32 Corpo de prova usinado para os ensaios de tração

Esta verificação em relação ao modelo Ramberg-Osgood permite não só um melhor conhecimento sobre o comportamento mecânico destes materiais como também permite a aplicação da metodologia proposta pela norma ASTM 1290 (que tem suas relações e equações da MFEP desenvolvidas somente para materiais que atendem ao modelo de Ramberg-Osgood).

Como estas relações são aplicadas não só ao material na condição de como recebido como também na condição de presença de intermetálicos, os ensaios de tração (e os ajustes ao modelo de Ramberg-Osgood) foram também realizados para as mesmas condições dos ensaios de tenacidade à fratura. A escassez de referências que tratassem do comportamento à tração dos aços AID e AISD (principalmente para a condição de presença de intermetálicos) reforçou ainda mais a necessidade da verificação do modelo de Ramberg-Osgood. Este modelo é normalmente descrito pela relação:

$$\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma}{\sigma_0} + \alpha \cdot \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^n$$

Equação 9

Onde:

 $\sigma$  - Tensão atuante (Aquisição do ensaio)

ε - Deformação (Aquisição do ensaio)

 $\sigma_0$ -Tensão de referência (Considerada normalmente como igual ao limite de escoamento)

- $\mathcal{E}_0$  Deformação associada ao limite de escoamento
- $\alpha$  Fator normalmente definido pela relação  $\alpha = 0.002 \cdot E / \sigma_0$

n - Fator/Coeficiente de encruamento

Foram realizadas duas abordagens para a determinação dos parâmetros  $\alpha$  e n . Em ambas as abordagens foi utilizado o software *Origin pro 8.0*. Na primeira e mais simplificada, considerou-se o parâmetro  $\alpha$  igual a 1, aplicando a regressões não lineares para determinação do parâmetro n. Já na segunda abordagem, o  $\alpha$  foi calculado conforme a relação descrita logo acima, sendo novamente o parâmetro n obtido pelo ajuste de funções

### 3.5. Tratamentos térmicos de envelhecimento

Para a obtenção do material AISD contendo fases intermetálicas foi proposta a realização de tratamentos isotérmicos de envelhecimento. É sabido que os aços AISD

UNS32750 sofrem intensa precipitação na faixa de 800°C a 900°[1,2,9]. Para a obtenção da relação "Tempo x Temperatura x Quantidade de intermetálicos" e definição das condições de tratamento térmico a serem aplicadas nos corpos de prova de tração e CTOD, foram realizados previamente tratamentos térmicos em pequenas amostras do mesmo material. A Tabela 5 apresenta as condições de tempo, temperatura e porcentagem de fases resultante.

ID Amostra	Temperatura	Tempo (min)
T1		5
T2		10
T3	800°C	15
T4		20
T5		25

Tabela 5 Condições de tratamento térmico das amostras iniciais

## 3.6. Ensaios de CTOD (Material como recebido e com Fases intermetálicas)

Os ensaios de CTOD foram realizados de acordo com os procedimentos propostos nas normas ASTM E1290 e BS-7448 Parte 1. É importante destacar que as características dos corpos de prova e de execução foram consideradas de maneira que atendessem a ambas as normas. Os ensaios foram realizados em uma máquina servo-hidráulica MTS/100KN A Figura 33 mostra a configuração da montagem do ensaio.



Figura 33 Montagem dos ensaios de CTOD para abertura de pré-trinca de fadiga

Corpos de prova do tipo SENB foram usinados conforme as normas ASTM 1820 e BS-7448, com seção quadrada de 12mm x 12mm e os entalhes foram usinados com profundidade de 4mm. A Figura 34 apresenta um dos corpos de prova ensaiados:



Figura 34 Corpo de prova de CTOD com seção quadrada de 12mm x 12mm e 70mm de comprimento

A abertura de pré-trinca por fadiga dos corpos de prova foi realizada para obter uma relação de acordo com a norma ASTM 1820 que recomenda duas etapas para a abertura de pré-trinca. A primeira delas com  $\Delta K$ (variação do fator  $K_I$  para as cargas máxima e mínima) de 25MPa $\sqrt{m}$ , e a segunda com um  $\Delta K$  máximo de 20MPa $\sqrt{m}$ . Os ensaios foram realizados a uma taxa de deformação(deslocamento do ponto de aplicação da carga) de 1mm/min e a uma temperatura média de 22°C.

### 3.7. Análise Fractográfica

As superfícies de fratura dos corpos de prova de ensaios de tração e CTOD foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura, através de um microscópio eletrônico JEOL JSM-6490 LV, com o objetivo de caracterizar o modo de fratura destes corpos de prova, nas diferentes condições avaliadas, isto é, nas condições de como recebido e com a presença de fases intermetálicas.

# 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1. Caracterização metalográfica e tratamentos térmicos

A realização de tratamentos isotérmicos permitiu a obtenção do aço AISD com a presença de intermetálicos, de maneira relativamente simples. A Tabela 6 reune os resultados dos tratamentos térmicos propostos no item 3.5. As imagens da Figura 35 até a Figura 40 apresentam as micrografias obtidas.

	% Austenita	% Ferrita	% Intermetalicos
T1	54,54	45,46	-
T2	54,54	45,05	0,41
T3	54,54	44,22	0,83
T4	54,54	36,48	7,74
T5	54,54	27,84	8,64

Tabela 6 Proporções de fases para amostras submetidas aos tratamentos térmicos



Figura 35 Amostra Referencia - Material como recebido. Obtida por microscopia ótica.



Figura 36 Amostra T1 – Tratamento térmico a 800°C por 5 minutos. Obtida por microscopia ótica.



Figura 37 Amostra T2 – Tratamento térmico a 800°C por 10 minutos. Obtida por microscopia ótica.



Figura 38 Amostra T3 – Tratamento térmico a 800°C por 15 minutos. Obtida por microscopia ótica.



Figura 39 Amostra T4 – Tratamento térmico a 800°C por 20 minutos. Obtida por microscopia ótica.



Figura 40 Amostra T5 – Tratamento térmico a 800°C por 25 minutos. Obtida por microscopia ótica.

Para a confirmação da ausência de fases intermetálicas, a amostra T1 foi analisada por microscopia eletrônica de varredura. A Figura 41 apresenta a amostra sem ataque.



Figura 41 Amostra T1 livre de fases intermetálicas. Obtida por microscopia eletrônica de varredura.

A fim de complementar a caracterização das fases intermetálicas, a amostra T5, tratada por 25 minutos, foi analisada por microscopia eletrônica de varredura. A amostra foi analisada sem ataque para a identificação das fases  $\chi \in \sigma$ . Foram também realizadas análises

químicas por EDS através do sistema de micro-análises OXFORD Inca. A Tabela 7 mostra as composições químicas das fases analisadas e a Figura 43 mostram imagens das regiões onde foram realizadas as imagens.

	Fase Sigma		Fase χ		
	(Spectrum 1)		(Spectrum 2)		
	% Peso	% Atômica	% Peso	% Atômica	
Cr	31,04	33,63	27,65	31,23	
Fe	56,89	57,39	52,84	55,56	
Ni	4,26	4,09	3,28	3,28	
Mo	7,10	4,17	16,23	9,94	

Tabela 7 Composição química das fases  $\chi e \sigma$  obtida por EDS



Figura 42 Amostra T5 com presença de fases intermetalicas. Obtida por microscopia eletrônica de varredura.



Figura 43 Pontos de Análise para caracterização das Fases Sigma e χ. Obtida por microscopia eletrônica de varredura.

Em função da limitada quantidade de material, foi possível realizar ensaios mecânicos de tração e tenacidade à fratura em somente duas condições de material com intermetálicos, além do material como recebido. Para a definição destas condições foram considerados os seguintes aspectos:

- Apesar de poucas referências relatarem a quantidade de intermetálicos geradas em soldas reais foi considerado que uma porcentagem da ordem de 10% seria uma condição limite factível. Ainda assim, para os casos de soldas reais devem ser esperadas dispersões muito maiores do que as verificadas nos tratamentos térmicos.
- A quantidade de intermetálicos da amostra T3 foi considerada como a que melhor conjugava dificuldade de detecção (quanto menor a quantidade, maior é a dificuldade de detecção) com uma boa probabilidade de a mesma já provocar alterações na tenacidade do material analisado.

### 4.2. Comportamento à tração

A Tabela 8 apresenta os resultados dos ensaios de tração para as condições de como recebido e com fases intermetálicas (Amostras T3 e T5), bem como os respectivos parâmetros da equação de Ramberg-Osgood (primeira abordagem, considerando α igual a

1.0). A Figura 44 apresenta os gráficos de tensão deformação obtidos para as diferentes condições de material analisadas.

Tabela 8 Resultados de ensaios de tração					
СР	Lim Escoamento MPa	Lim. Resistência MPa	Alongamento %	α	n
1	581,9	827,7	41,06	1	10,52
2	591,03	838,49	43,03	1	10,03
3	586,59	832,02	43,14	1	10,37
Média	$586,\!51 \pm 4,\!57$	832,73± 5,43	42,41±1,17	1	$10,31 \pm 0,52$
TT3	529,36	828,51	20,53	1	10,33
TT5	550,21	857,06	17,89	-	-

Na tabela apresentada, verifica-se que apesar de não ser possível identificar uma tendência na variação dos valores do limite de escoamento e limite de resistência com tratamentos térmicos, esta variação foi da ordem 6 % para o primeiro parâmetro e 3% para o segundo. De maneira geral, o limite de escoamento e o limite de resistência, apesar de tenderem a aumentar, esse efeito não deve ser significativo principalmente para porcentagens de intermetálicos abaixo de 10%. Já o alongamento, sofre redução mesmo para baixos teores de intermetálicos. A Figura 45 mostra as variações das propriedades mecanicas à tração em função do percentual de fases intermetálicas



Figura 44 Gráficos tensão x deformação para o material "como recebido"

Os resultados obtidos mostram que o aço AISD na sua condição de como recebido atende ao modelo de Ramberg-Osgood com um coeficiente de encruamento da ordem de 10,52, com precisão considerável (erros da ordem de 0.5%). Para o corpo de prova com fração em torno de 1% de intermetálicos, o comportamento da curva ainda permite um bom ajuste pelo modelo citado, com o coeficiente mantendo-se praticamente idêntico ao da condição como recebido (n=10.50). Já para a condição de 9% de intermetálicos, a forte redução no alongamento prejudicou a qualidade do ajuste da função, fazendo com que não fosse possível realizar o ajuste de maneira satisfatória( melhor ajuste para n=16,6 com erros superiores a 10%). A segunda abordagem descrita no item 3.4, foi realizada para se verificar a influência do valor do parâmetro  $\alpha$  nos resultados. Os valores obtidos foram de 0,68, 0,73 e 0,73 para as condições de como recebido, T3 e T5, respectivamente. Os valores correspondentes de n se mantiveram próximos e coerentes para as condições de como recebido e T3(11,05 e 10,17 respectivamente) e apresentando a mesma dificuldade de atendimento ao modelo para a condição T5.

É importante destacar que para a aplicação da metodologia ASTM é necessário apenas que o comportamento do material atenda ao modelo, e os valores de n não são utilizados diretamente nas equações. Por isso, não são discutidas aqui as melhores técnicas e procedimentos para o ajuste do modelo de ramberg-Osgood, mas simplesmente foi realizada uma verificação se o material atenderia satisfatoriamente o modelo para as diferentes condições analisadas. Outro objetivo a ser destacado foi a contribuição de se gerar valores destes parâmetros, principalmente o parâmetro n, mesmo para a condição de como recebido, informações estas que não foram encontradas em nenhuma das referências analisadas. Vale ainda destacar que mesmo a condição T5 não tendo atendido satisfatoriamente o modelo de Ramberg-Osgood, a metodologia ASTM foi aplicada para esta condição.

A influência da precipitação das fases intermetálicas nas propriedades à tração está em acordo com resultados encontrados por Fargas e colaboradores[54]. Basicamente, uma fração da ordem de 1% não deve representar variações significativas no limite de resistência. Já para Figura 45 mostra a variação dos principais parâmetros obtidos em relação à presença de intermetálicos.



Figura 45 Variação das propriedades mecânicas à tração em função da porcentagem de intermetálicos

### 4.3. Ensaios de Tenacidade à fratura CTOD

Os ensaios de CTOD foram realizados para as condições do material de como recebido e com a presença de intermetálicos (Condições de tratamento térmico T3 e T5).. Os corpos de prova foram preparados com valores de B=W=12,0mm e comprimento de trinca inicial (entalhe usinado) de 3,0mm. Os valores de tensão de escoamento e resistência foram utilizados da Tabela 8 para cada condição analisada. O módulo de elasticidade dos espécimes foi considerado igual a 200GPa.

Para facilitar a visualização, a Figura 46 apresenta apenas uma curva de carga x CMOD de cada condição avaliada



Figura 46 Resultados Carga x CMOD dos ensaios de CTOD

Uma analise inicial dos gráficos de carga x CMOD permite verificar que todos os gráficos se apresentaram como do tipo  $\delta_m$ , representando um comportamento à fratura estável durante o ensaio (Sem crescimento subcrítico). Mesmo para os corpos de prova da condição T5, para os quais são esperados valores de CTOD extremamente baixos em função da grande quantidade de intermetálicos, não foi verificada a instabilidade característica de materiais fragilizados. Apesar de numa primeira análise esta condição parecer incoerente ou mesmo incorreta, ela está de acordo com referências de ensaios de CTOD em aço AISD com a presença de precipitados e será discutida com mais detalhes nos próximos itens [9].

# 4.3.1. Determinação de CTOD pela abordagem geométrica

Como relatado anteriormente, a norma BS-7448 utiliza a seguinte relação para o cálculo dos valores de CTOD:

$$\delta = \frac{K_I (1 - v^2)}{2 \cdot \sigma_{YS} \cdot E} + \frac{r_p \cdot (W - a_{-}) \cdot V_p}{r_p W + 0.6 \cdot a_{-} + z}$$
 Equação 10

Onde os parâmetros v,a,z, E,W,  $K_I$ ,  $\sigma_{YS}$ ,  $r_p$  e  $V_p$  foram definidos no item 2.2.2.

A Tabela 9 apresenta os resultados dos ensaios e os valores de CTOD obtidos segundo a norma BS-7448

Condição do Material	СР	Pmax (N)	Vp (mm)	δel (mm)	δpl (mm)	<b>δBS</b> (mm)
	REF_01	9223,2	2,65	0,02	0,75	0,77
Como recebido	REF_03	9793,6	2,63	0,03	0,70	0,73
	REF_04	10505,8	2,94	0,03	0,78	0,81
Condição T3	T3_01	6027,0	0,9	0,03	0,18	0,21
	T3_02	8588,7	0,72	0,03	0,20	0,23
	T3_03	8797,1	1,12	0,03	0,30	0,33
	T3_04	8520,4	1,02	0,03	0,26	0,29
Condição T5	T5_01	6155,3	0,08	0,01	0,02	0,03
	T5_02	6239,3	0,1	0,02	0,02	0,04
	T5_03	6389,5	0,08	0,01	0,02	0,03

Tabela 9 Resultados dos ensaios de CTOD segundo a norma BS-7448

# 4.3.2. Determinação de CTOD pela abordagem Energética

A Tabela 10 apresenta os valores da integral J, do parâmetro m e do CTOD obtidos pela norma ASTM 1820/1290.

Condição do Material	СР	<b>J</b> (kJ/m2)	m	<b>ðel</b>	<b>δ</b> pl	<b>δ</b> (mm)
				(IIIII)	(IIIII)	(mm)
Como	<b>REF_01</b>	707.71	1.92	0,02	0,62	0.63
recebido	REF_03	780.81	1.93	0,04	0,66	0.69
10000140	REF_04	837.47	1.93	0,08	0,68	0.74
Condição T3	T3_01	273.67	1.93	0,03	0,28	0.26
	T3_02	273.10	2.03	0,09	0,18	0.26
	T3_03	295.05	1.98	0,13	0,16	0.28
	T3_04	307,29	1.98	0,12	0,17	0,29
Condição T5	T5_01	43.14	1.99	0,03	0,01	0.04
	T5_02	48.67	1.96	0,03	0,02	0.05
	T5_03	45.95	2.00	0,04	0,01	0.04

Tabela 10 Resultados de CTOD (ASTM 1290)

## 4.3.3. Considerações sobre as metodologias de determinação de CTOD

A Figura 47 apresenta uma comparação dos resultados de CTOD obtidos conforme as metodologias empregadas. No eixo Y da figura são apresentados os valores de CTOD obtidos pela norma ASTM e no eixo X os valores de CTOD obtidos pela norma BS. Os resultados são mostrados para as condições de metal base como recebido, metal base tratado a 800°C por 15 minutos e tratado a 800°C por 25 minutos.



Figura 47 Comparação de resultados de CTOD pelas normas BS e ASTM por gráfico do tipo 1:1

Para as condições do material recebido foi observado que a norma ASTM forneceu valores sensivelmente menores do que os valores fornecidos pela norma BS. No entanto, para a condição T5, a norma BS resultou em valores significativamente mais baixos (70%-80%) mais baixos que a norma ASTM.

Uma simples análise das equações 3 e 7 permite verificar que a diferenças entre as metodologias em relação às componentes elásticas consiste basicamente na diferença entre os termos " $2\sigma_{ys}$ " e " $m\sigma_0$ ". A norma inglesa na verdade adota o fator de conversão de  $K_I$  para CTOD (tratado como fator m pela ASTM) de forma conservadora igual a 2. De maneira análoga, a norma BS utiliza na mesma conversão a tensão de escoamento efetiva (0.2%), enquanto a norma ASTM considera para a mesma conversão, a tensão conhecida como "*sigma flow*", sendo normalmente tratada como a média aritmética entre o limite de escoamento e o limite de resistência obtidos dos ensaios de tração. De acordo com Tagawa [74], A relação  $2\sigma_{ys}/m\sigma_0$  deve ser tão mais preponderante quanto mais próxima de zero forem as componentes plásticas do CTOD. A Tabela 1 mostra que, como esperado, esta relação só pode ser verificada para a condição T5.

Condição do Material	СР	δel astm	δel bs	2σys/mσ0	δbs /δastm
	T5_01	0,03	0,02	0,78	0,81
Condição T5	T5_02	0,03	0,02	0,78	0,80
	T5_03	0,04	0,02	0,79	0,76

Tabela 11 Relação entre as componentes elásticas de CTOD

Para as condições de como recebido e T3 é intuitivo reconhecer que a influência das componentes elásticas do CTOD não deve representar variações significativas nos valores finais (elástico + plástico) de CTOD.

Logicamente, à medida que se aumenta a tenacidade correspondente às condições do material analisado (representadas aqui pelas condições T3 e como recebido) as componentes elásticas perdem importância em detrimento do papel da deformação plástica no comportamento à fratura. Neste sentido, as diferentes abordagens, geométrica e energética, tem sido objeto de amplos estudos de maneira a se verificar a relação entre as duas metodologias. No entanto, é possível verificar que as duas abordagens possuem premissas e conceitos fundamentalmente distintos, o que torna a comparação (e a explicação das diferenças) significativamente limitada.

De acordo com Tagawa e colaboradores [63,74], a tendência de a norma ASTM resultar em valores de CTOD mais baixos tem base na metodologia utilizada para a determinação do CTOD em que foram utilizados modelos numéricos em 2D para a obtenção das soluções para a determinação do CTOD. Estes valores seriam correspondentes a um valor médio entre o CTOD na superfície e o centro dos corpos de prova. Diferentemente, a norma BS teria sido desenvolvida para se determinar o CTOD correspondente ao centro do corpo de prova. Os autores analisaram ainda a influência de diversos fatores na relação entre os CTOD determinados pelas duas normas estudadas através de ensaios de diferentes materiais, combinadas com simulações analíticas para previsão de CMOD e J. De acordo com os autores esta relação dependeria de vários fatores como tensão de escoamento, coeficiente de encruamento e espessura dos espécimes. A figura 48 apresenta a relação  $\delta_{ASTM} / \delta_{BS}$  para corpos de prova de diferentes espessuras, dentre as quais a de 12mm, bem próxima à

espessura utilizada neste trabalho. Na mesma figura, é possível ainda verificar que a relação não apresenta uma tendência única em relação ao nível de tenacidade do material (representado pelo CTOD BS).



Figura 48 Variação da relação  $\delta_{\rm \scriptscriptstyle ASTM}$  /  $\delta_{\rm \scriptscriptstyle BS}$  em função da espessura dos corpos de prova

Os autores avaliaram ainda a influencia do fator de encruamento de Ramberg-Osgood na relação de metodologias. A Figura 49 mostra essa influência combinada com a influência do limite de escoamento do material.



Figura 49 Variação da relação  $\delta_{ASTM} / \delta_{RS}$  em função do coeficiente N e do limite de escoamento

Analisando as figuras 48 e 49, juntamente com os resultados obtidos dos ensaios de CTOD, é possível verificar que de maneira geral os resultados obedecem razoavelmente a uma mesma tendência de apresentar valores superiores a 1,0 para baixos valores de CTOD e

reduzindo esses valores para abaixo de 1,0 na faixa de CTOD de 0,2mm a 0,3mm. Já na região de altos valores de tenacidade, os resultados obtidos dos ensaios se mantêm abaixo de 1,0 ao contrário da tendência apresentada pelos autores. Apesar disso, para a condição de como recebido a média da relação fica em torno de 0.9, bem próximo da relação abaixo de 1,1 prevista, principalmente se considerarmos que o limite de escoamento do material é cerca de 20% inferior ao exemplo utilizado.

### 4.3.4. Análise dos limites de validade da determinação de J e CTOD

Retomando a discussão do item 2.2.3 a respeito do limite de deformação (ou de J aplicado) representado pelo fator M, ao considerarmos esse parâmetro igual a 20, conforme recomenda a norma ASTM 1820, podem ser estimados os valores limites de J aplicado a partir dos quais a integral J (e o CTOD) não seriam mais representações adequadas.

É importante ressaltar que os valores máximos de J e CTOD representam uma condição limite a partir da qual o processo de fratura não pode ser mais descrito por um único parâmetro, em função do grande nível de deformação plástica ocorrente na ponta da trinca. Entretanto, a aplicação destes parâmetros em avaliações de equipamentos pela mecânica da fratura representa uma condição conservadora. A Tabela 12 apresenta os valores de integral J obtidos dos gráficos de carga x deslocamento de abertura de trinca comparados aos valores limites obtidos através da aplicação do fator M=20(item 2.2.3).

Condição Material	СР	J (KJ/m <sup>2</sup> )	<b>Jmax (KJ/m<sup>2</sup>)</b> (Para M=20)
	REF_01	707,71	
Como recebido	REF_03	780,81	175,95
	REF_04	837,47	
	T3_01	273,67	
Т3	T3_02	273,10	158,81
	T3_03	295,05	
	T3_04	287,88	
	T5_01	46,72	
Т5	T5_02	53,70	165,06
	T5_03	49,65	

Tabela 12 Valores limites para zona de dominância J

A análise da Tabela 12 permite verificar diretamente que os valores de J correspondentes aos ensaios na condição de material como recebido estão bem acima do limite definido pelo fator M igual a 20. Esta verificação pode ser reforçada pela ocorrência de crescimentos estáveis de trinca durante o ensaio, conforme mostrado na Figura 55. Já para condição T3, os valores de J aplicados durante o ensaio se mostraram da ordem de 80% superiores ao valor limite de J. De maneira análoga, a Figura 56 mostra um crescimento da pré-trinca evidenciando os altos valores de J.

Para a condição T5, apesar da reconhecida baixa tenacidade, esta seria a única condição dentre as avaliadas que estaria de acordo com a norma ASTM 1820 e a validade das equações propostas. Desta forma, o fato de esse nível de tenacidade estar associado à gráficos carga x deslocamento de abertura de trinca do tipo m representa na verdade uma condição rara em que as equação das região de dominância J são realmente válidas

#### 4.3.5. Relação entre fases intermetálicas e tenacidade à fratura

A Figura 50 apresenta os resultados de CTOD em função da presença de fases intermetálicas. Para a condição de tratamento térmico T3, observa-se que a presença de apenas 4% de fases intermetálicas foi suficiente para promover uma redução na tenacidade à fratura da ordem de 50% e 60 %. Para a condição de tratamento térmico T5, os valores de tenacidade tiveram uma redução em torno de 90%, resultando em valores da ordem de 10% da tenacidade do material original (como recebido).



Figura 50 Valores de Tenacidade em função da presença de intermetálicos

Borvik et al [35] realizou ensaios de CTOD em aço AID 2203 com diferentes frações de fases intermetálicas. A Figura 51 apresenta os resultados obtidos pelos autores em função destas frações.



Figura 51 Resultados de CTOD em função de intermetálicos para o UNS 31803

Gunn e Wiesner [41] realizaram uma série de ensaios de Charpy e CTOD em diferentes soldas de aço AISD com o objetivo de obter uma correlação entre estes parâmetros mesmo para condições de AISD com presença de intermetálicos. A Figura 52 apresenta os resultados apresentados pelos autores nos quais foi verificado que mesmo para AISD com presença de fase sigma, a correlação CVN = 303 x CTOD é mantida.



Figura 52 Correlação entre resultados de Charpy e CTOD obtidos por Gunn e Wiesner

No trabalho realizado por Borvik et al [35] citado anteriormente, foram também obtidos resultados de energia Charpy em função das frações de fase sigma. Os autores comparam ainda os resultados com critérios de energia definidos pela norma Norsok M630. A Figura 53 apresenta os resultados obtidos pelos autores.



Figura 53 Resultados de ensaios de charpy em função da fração de intermetálicos

Mahajadan e colaboradores [32] analisaram acessórios de tubulação fabricados em aço AISD 2507 que apresentaram fases intermetálicas geradas por tratamentos térmicos. Os resultados foram comparados com resultados de outros autores. A Figura 54 apresenta os resultados de CTOD em função do percentual de fase sigma obtidos pelos autores.



Figura 54 Resultados de CTOD em função da presença de intermetálicos em AISD 2507 [32]

#### 4.4.Influência de fases intermetálicas no comportamento à fratura de ASID UNS32750

Os corpos de prova utilizados nos ensaios de CTOD foram analisados por microscopia ótica e eletrônica com o objetivo de caracterizar o modo de falha e as principais características verificadas nas superfícies de fratura. Na condição do material de como recebido é possível verificar crescimento sub-crítico da pré-trinca ocorrido durante o ensaio, da ordem de 2mm. Fenômeno esse muito comum em ensaios de CTOD em materiais que apresentam alta tenacidade. Para a condição T3 esse crescimento já se apresentou sensivelmente menor. Na condição T5, não foi possível verificar mais esse crescimento de trinca. As imagens mostradas da Figura 55 à Figura 57 apresentam as superfícies de fraturas dos corpos de prova de CTOD nas condições de como recebido, com 1% e 9% de intermetálicos, respectivamente


Figura 55 Superfície de fratura de corpo de prova da condição de como recebido



Figura 56 Superfície de fratura de corpo de prova da condição T3



Figura 57 Superfície de fratura de corpo de prova da condição T5.

Da Figura 58 à Figura 62, são apresentadas imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura das regiões de inicio da fratura dos corpos de prova de CTOD (regiões imediatamente após as pré-trincas de fadiga) para três condições de material avaliadas. As análises das superfícies de fratura mostram que os corpos de prova do material como recebido apresentaram um modo de falha dúctil representado pela predominância de microvazios. Já as amostras das condições T3 e T5 (envelhecimento por 15 e 25 minutos, respectivamente) tiveram seu modo de falha sensivelmente alterado pela presença de fases intermetálicas. Verificou-se que o modo de fratura verificado para as condições T3 e T5 consistiu na verdade de uma combinação dos modos dúctil e frágil. As regiões de ocorrência de clivagem aumentaram da condição T3 para a T5, enquanto as regiões de microcavidades tiveram seus diâmetros médios dos microvazios reduzidos de maneira significativa. Nas amostras T3 e T5, foi possível ainda verificar diversas trincas secundárias na região a frente da trinca de fadiga. Segundo Straffelini [68], a presença destas trincas deve confirmar também a existência de regiões frágeis no material.



Figura 58 Superfície de fratura CP REF 01. Obtida por microscopia eletrônica de varredura.



Figura 59 Superfície de fratura CP REF 01. Obtida por microscopia eletrônica de varredura.



Figura 60 Superfície de fratura CP T3 01. Obtida por microscopia eletrônica de varredura.



Figura 61 Superfície de fratura CP T5 01. Obtida por microscopia eletrônica de varredura.



Figura 62 Superfície de fratura CP T5 01. Obtida por microscopia eletrônica de varredura.

Esta combinação entre microcavidades e facetas de clivagem é amplamente reconhecida pelo termo "quase-clivagem", onde a relação entre número/diâmetro de microvazios e facetas sofre influência principalmente de fatores que limitem a deformação do material, como mecanismos de fragilização (Hidrogênio, fases intermetálicas, etc), taxa de carregamento e estado de tensões. Mesmo sem a presença de fases intermetálicas, corpos de

prova de CTOD do aço AID tendem a apresentar indicações de clivagem na região central do corpo de prova(região de maior triaxilidade de tensões ), enquanto microvazios são verificados nas regiões próximas à superfície.

Borvik et al [35] realizaram ensaios de Charpy e CTOD em aços AID (2205) e observaram que para a condição de isenta de fases intermetálicas, a superfície de fratura se apresentou basicamente formada por microcavidades em toda sua extensão. Já para a condição de 10% de fase sigma (fração volumétrica), foi verificado um domínio de facetas de clivagem com resquícios de microcavidades ainda presentes. Corpos de provas intermediários (5% de fase sigma) representaram justamente a transição entre o comportamento dúctil e frágil provocado pela presença da fase sigma, com a combinação entre microcavidades e planos de clivagem.

A redução de diâmetros verificada na Figura 60 e na Figura 62 está de acordo com as observações feitas por Gunn[9] e Pardal[20], em corpos de prova de CTOD de AISD. Gunn verificou que a presença de fases intermetálicas não teria alterado o modo de falha global, que se manteve ainda dúctil, mas o micro-mecanismo de fratura teria se alterado significativamente. Na condição de material recebido, os autores verificaram microvazios generalizados com facetas de clivagem isoladas. Já para a condição de material com fase sigma, foram verificados microvazios na região logo à frente do entalhe, com predominância de facetas em todo o restante da fratura. Os autores destacam ainda a ocorrência da diminuição do diâmetro médio dos microvazios para a condição de presença de fases intermetálicas.

Kolednik et al [64] realizaram ensaios de tenacidade à fratura em aço AID sem fases intermetálicas para avaliar parâmetros microestruturais com influência na sua tenacidade final. A Figura 63 mostra uma representação, proposta pelos autores, de uma configuração similar à condição analisada no presente trabalho, isto é, com o plano da trinca (e a direção de propagação) perpendicular à direção de laminação. Segundo os autores, o fator preponderante na tenacidade medida se mostrou como sendo o arranjo dos "veios" de ferrita e austenita, mais até do que a relação de frações volumétricas entre as duas fases.



Figura 63 Sentido de propagação da trinca em relação à disposição dos grãos de austenita e ferrita [63]

Pohl et al [43] realizaram ensaios de tração em corpos de prova de aço AID UNS 31803 e AISD 32760 com precipitação de fases  $\sigma$  e  $\chi$  em microscópio eletrônico de varredura. O autor verificou que pequenas deformações já seriam suficientes para provocar fratura frágil nas partículas de fase sigma devido à sua estrutura cristalina tetragonal. Enquanto isso, nos mesmos ensaios os autores verificaram ainda que as partículas de fase  $\chi$  por sua vez não apresentaram trincamento. A Figura 64 mostra imagens do trincamento das partículas de fase  $\sigma$ :



Figura 64 Trincamento de partículas de fase  $\sigma$  em ensaios de tração [65]

Resultados similares foram encontrados por Fargas et al[54]. Os autores realizaram ensaios de tração em corpos de prova de AID com diferentes frações de intermetálicos. A Figura 65 mostra imagens obtidas por microscopia eletrônica do fenômeno de trincamento nas partículas de fase sigma em corpos de prova com cerca de 20% de intermetálicos. O início da fratura frágil pode ser atribuído ao trincamento destas partículas e a ligação entre as mesmas, permitindo a evolução e propagação das microtrincas.



Figura 65 Trincamento em partículas de fase sigma em aço AID

Nas diferentes morfologias encontradas por Pohl[43], as partículas de fase sigma sofrem o processo de clivagem mesmo para pequenos níveis de deformações. Morfologias que apresentem estas partículas de maneira mais bem distribuídas (*net-like morphology*) tendem a resultar em valores menores de tenacidade por funcionarem como caminhos preferenciais para propagação de micro-trincas. Já morfologias em que partículas de fase sigma estejam mais isoladas, envoltas pelas fases ferrítica e austenítica, tendem a apresentar maiores valores de tenacidade, uma vez que estas fases absorveriam parte da deformação, principalmente a austenita. Vale ressaltar que a fase ferrítica ainda sofreria uma tendência à clivagem tão maior quanto maior fosse a presença de intermetálicos. Desta maneira, a presença das fases intermetálicas tende a ser um fator preponderante no micro mecanismo de fratura e no aspecto final das superfícies de fratura, embora não necessariamente defina o modo global de fratura.

Kington e Noble [53] realizaram ensaios de tração em aços inoxidáveis austeníticos com diferentes níveis de precipitação de fases sigma. Os autores relatam que a fase sigma sofre trincamento prematuro (sob baixos níveis de deformação) e as partículas trincadas funcionariam na verdade como novos microvazios que cresceriam e coalesceriam reduzindo

a ductilidade do material. Ainda segundo Pohl [43] o trincamento das regiões de fase sigma induziria a ocorrência da clivagem também na região ferrítica, e esta tendência à clivagem seria tão maior quanto maior a fração volumétrica de fase sigma. Já a região austenítica à frente da trinca, esta sofreria fratura por formação, crescimento e coalescimento de *"dimples"*.

Desta maneira, à medida que se aumenta a presença de fases intermetálicas, deve esperada uma evolução do micro-mecanismo de fratura dominado por *dimples* para uma micro-mecanismo baseado em facetas de clivagem combinadas com *dimples* de diâmetro reduzido em uma condição de precipitação generalizada, com uma aumento da tendência a clivagem na fase ferrítica[9].Esta transição de comportamento deve ser acompanhada pela redução nos valores de CTOD correspondentes à cada condição.

#### 4.5. Relação entre resultados de CTOD e requisitos de tenacidade de projeto

Com base nos resultados de CTOD obtidos neste trabalho e naqueles obtidos nas diversas referências, verificou-se que mesmo na presença significativa de fases intermetálicas, a tenacidade correspondente ainda é compatível com valores de tenacidade de materiais normalmente utilizados na engenharia e com critérios de aceitação de especificações, normas e códigos de projeto.

O código ASME (*Boiler and Pressure Vessel Code*) Seção VIII Divisão 1[47] trata de recomendações para projeto e construções de vasos de pressão e caldeiras. O documento define como critérios de aceitação para tenacidade de aços AID e AISD o valor de 0.015in(0,38mm) de expansão lateral em corpos de prova de Charpy ensaiados à temperatura mínima de projeto.

A norma ASTM 923 [28] recomenda procedimentos para identificação de fases intermetálicas em aços AID e AISD. Um dos métodos propostos consiste na realização de ensaios de Charpy e são definidos a temperatura de ensaio e o valor mínimo de energia. No entanto, para a especificação UNS-32750, a norma não define critérios mínimos, deixando para cada caso específico esta definição. A especificação técnica para projeto e construção de tubulações de processo da Petrobras [10] define como critério de aceitação o valor de 27J. No entanto, a mesma norma discute ainda que podem ser aplicados ensaios de CTOD em

substituição aos ensaios de Charpy, devendo os critérios de aceitação serem acordados entre as partes envolvidas.

A norma BS4515- Parte 2 [31] "Welding of steel pipelines on land and offshore" define critérios de Charpy para qualificação de procedimentos de soldagem de tubulações fabricadas em aços AID e AISD. O documento define como valores mínimos aceitáveis 50J para o mínimo valor médio (set de três corpos de prova) e 40J para o valor mínimo de cada corpo de prova ensaiado à temperatura mínima de projeto ou temperatura definida de acordo com a aplicação específica de cada material.

O documento NORSOK M630 [52] define requisitos de propriedades mecânicas, dentre outros, para especificações de materiais utilizados em tubulações e acessórios. Para o caso de AISD (25%Cr) o documento define os limites de energia de Charpy em 35J como valor mínimo individual e 45J como valor mínimo da média para ensaios realizados à temperatura de -46°C, para metal de base e metal de solda.

Wiesner [11] realizou ensaios de CTOD em soldas de aços AID e AISD de diversas espessuras, inclusive nas condições de material com presença de intermetálicos. Através de cálculos de mecânica da fratura, o autor verificou que níveis de tenacidade de CTOD igual a 0.1mm e 40J de energia de Charpy(obtidos para a temperatura mínima de operação) seriam suficientes para garantir a integridade (não ocorrência de fratura frágil nem colapso plástico) de tubos com descontinuidades de profundidade inferiores a 10% da espessura.

De maneira a avaliar de forma mais crítica e prática a discussão a respeito de definição de limites de tenacidade para os aços AISD, e o impacto de intermetálicos na aplicação do aço AISD, são propostos aqui estudos de casos para a determinação de dimensões críticas de descontinuidades em soldas de equipamentos, visando a comparação de diferentes valores de tenacidade.

### 4.6. Aplicações dos resultados de CTOD através de Estudos de Caso

Para uma avaliação crítica dos resultados obtidos e discutidos anteriormente, são propostos três estudos de casos que representam grandes aplicações dos aços AISD em

equipamentos de processo da indústria de petróleo. Os diferentes cenários analisados foram definidos de maneira a se representarem diferentes condições de carregamento.

Os objetivos diretos da realização dos estudos de casos são basicamente dois.

• Verificar a influência das metodologias de determinação de CTOD nas dimensões críticas de descontinuidades

• Comparar dimensões admissíveis de descontinuidades para materiais com intermetálicos e critérios de aceitação de tenacidade

As análises realizadas consistem basicamente em utilizar os valores de tenacidade obtidos nos ensaios de CTOD para determinar dimensões críticas (para a fratura) de descontinuidades planares em soldas de dois equipamentos: um vaso de pressão e uma tubulação. Estas dimensões limites são ainda comparadas com as dimensões obtidas para os mesmos casos, mas considerando-se valores de requisitos de tenacidade propostos por Wiesner e aplicados na prática (Item 4.4.5)

É importante destacar que os critérios de tenacidade apresentados e discutidos são na sua maioria em valores de energia de Charpy. No entanto, as análises com base na mecânica da fratura (e no software *crackwise*) utilizam basicamente valores de CTOD ( Ou integral J ou  $K_{IC}$ ). Desta maneira, foi proposta uma conversão entre os valores de energia de Charpy para valores de CTOD baseada na equação proposta por Wiesner. Apesar desta equação não estar prevista em nenhuma norma, ela foi considerada mais adequada por ser basicamente empírica, não apresentando fatores de segurança e por ser representativa do material analisado neste trabalho.

A Tabela 13 apresenta as principais informações relativas aos casos analisados:

Equipamento		Localização da	Obietivo	Condições
	Item	descontinuidade		analisadas
	4.5.2	Solda Longitudinal	Comparar metodologias de calculo de CTOD	Como recebido / T3 / T5 (ASTM e BS)
Vaso de Pressão Tratador de Óleo	4.5.3	Solda entre Costado e Bocal	Comparar resultados de CTOD com critérios de tenacidade	Como recebido / T3 / T5 ASME ASTM 923 BS 4515 NORSOK M630 Wiesner [41]
Tubulação de processo	4.5.4	Solda circunferencial	Comparar resultados de CTOD com critérios de tenacidade	

# 4.6.1. Breve discussão sobre a metodologia dos estudos de caso (aplicação da Mecânica da Fratura)

As análises foram realizadas baseadas nos procedimentos e nas equações propostas pela norma BS-7910 "*Guide to methods for assessing the accptability of flaws in metallic structures*"[75], através do software crackwise (Versão 4.2).

Os valores das tensões aplicadas foram retirados de memórias de cálculo e relatórios de avaliações previamente realizadas pelo método de elementos finitos ou soluções analíticas. Para fins de cálculo e aplicação da norma BS-7910, as tensões utilizadas são divididas basicamente em tensões de membrana e tensões de flexão. Para os valores de tenacidade, além dos resultados obtidos nos ensaios de CTOD, também foram considerados os diferentes critérios de aceitação de tenacidade considerados na Tabela 13 e que serão mais discutidos adiante.

Para todos os casos, as descontinuidades foram consideradas como do tipo superficial. A Figura 66 apresenta este tipo de descontinuidade e suas principais dimensões:



Figura 66 Dimensões principais de descontinuidades superficiais

Para a determinação efetiva das dimensões máximas admissíveis a norma BS-7910 é baseada na metodologia FAD (*Failure Assessment Diagram*). Esta metodologia tem como instrumento principal um gráfico onde são plotados dois parâmetros principais, chamados *load ratio* (Lr ou Sr) e *toughness ratio* (Kr ou  $\delta r$ ), que abordam a estrutura que contém o defeito em relação ao colapso plástico e à fratura frágil, respectivamente. Nesta abordagem são considerados parâmetros como dimensões da trinca, as dimensões do equipamento e condições de carregamento. Os dois parâmetros são plotados em um gráfico bidimensional, onde a razão de carregamento (*load ratio*) corresponde ao eixo das abscissas e a razão de tenacidade (*toughness ratio*) ao eixo das ordenadas. Desta forma, é gerado um ponto no gráfico relativo a cada defeito existente.

O gráfico também contém uma linha de avaliação que representa a função dos valores críticos destes parâmetros, isto é, valores a partir dos quais é prevista a fratura. Assim, quando um ponto genérico A no gráfico, referente ao defeito A, encontra-se na região entre as coordenadas e a linha de avaliação (parte interna), o defeito pode ser tolerado. Estando fora desta região ou em cima da linha de avaliação, medidas devem ser tomadas, seja para fazer uma avaliação mais apurada, ou para diminuir a severidade das condições de operação do equipamento.

A razão de carregamento (*load ratio*) é conhecida como Lr ou Sr e definida por  $Lr = \frac{\sigma_{ref}}{\sigma_{ys}}$ . O termo  $\sigma_{ref}$  é a tensão de referência, cujo valor é obtido através dos cálculos propostos pelas normas e consiste numa informação sobre as solicitações mecânicas no defeito analisado. As fórmulas que levam à sua determinação podem variar de acordo com o tipo de defeito, o tipo de estrutura, além de sua posição e orientação. Já o termo  $\sigma_{ys}$  é o limite de escoamento do material.

A razão de tenacidade mostra da mesma forma, a possibilidade da ocorrência de fratura frágil e é definida como  $K_{r} = \frac{K_{I}}{K_{mat}} + \rho$ .Neste caso,  $K_{I}$  representa o fator de intensidade de tensões aplicado, atribuído às tensões primárias e secundárias. Já  $K_{mat}$ , é a tenacidade à fratura do material. O fator  $\rho$  é u fator de correção de  $K_{r}$  para considerar as interações plásticas entre tensões primárias e secundárias. A norma BS-7910 fornece gráficos e equações para a obtenção deste parâmetro que serão omitidas para efeito de simplificação.

A Figura 67 ilustra um exemplo de diagrama FAD em que são mostrados três pontos correspondentes a três defeitos. O defeito A seria considerado aceitável, e os defeitos B e C seriam considerados inaceitáveis.



Figura 67 Diagrama FAD com exemplos de defeitos avaliados

Com base na metodologia FAD, é possível determinar quais combinações entre as dimensões "a" e "2c" seriam críticas para as condições de operação de cada determinado equipamento. Estas determinações são feitas através de um processo iterativo normalmente realizado por softwares, em que se propõem diferentes valores de 2c e para cada valor definido o valor da profundidade de trinca "a" é variado até atingir a curva de avaliação do

diagrama FAD. A Figura 68 ilustra esse processo iterativo em que são gerados quatro pontos genéricos A, B. C e D.



Figura 68 Diagrama FAD com diferentes combinações de a/2c para determinação dos valores críticos

Tendo definidos os pares de combinações a/2c, é possível criar um novo gráfico em que são plotados todas as combinações para construir uma curva, usualmente conhecida como "curva de aceitação", que delimita as dimensões máximas admissíveis para descontinuidades planares. A Figura 69 figura ilustra uma destas curvas.



Figura 69 Curva de sensibilidade a x 2c para defeitos planares superficiais

**4.6.2.Vaso de pressão Tratador de Óleo** – Descontinuidade na solda0 Longitudinal para comparação entre metodologias de cálculo de CTOD

Para o primeiro estudo de caso foi proposto um separador de produção conhecido como "*Oil dehydrator*", utilizado em plantas de processamento de petróleo em plataformas marítimas. Este equipamento é usualmente projetado e construído com base no documento ASME (*Boiler and Pressure Vessel Code*) Seção VIII Divisão 1 e tem como função básica remover a água remanescente no óleo após o processo de separação entre o óleo, a água e o gás que chegam à plataforma.

Para a avaliação, foi proposta uma descontinuidade planar (tipo trinca) localizada em uma das soldas longitudinais do costado do equipamento. O comprimento da trinca "2c" estaria orientado longitudinalmente em relação à solda. A Figura 70 mostra o equipamento analisado.



Figura 70 Esquema geral do equipamento

A Tabela 14 apresenta as principais informações sobre o equipamento, utilizadas nas análises:

Item	Descrição		
Pressão de Projeto	228psi (1,569MPa)		
Pressão Máxima admissível	128psi (0,879MPa)		
Pressão de Teste Hidrostático	320psi (2,206MPa)		
Temperatura de Projeto	15°C		
Temperatura de Operação	120°C		
Temperatura de TH	21°C		
Diâmetro interno do costado	3642mm		
Espessura Nominal do Costado	16,0 mm		

Tabel	la 14	Dados	do e	qui	pamento
1 uooi	1 u 1 i	Duuob	40 0	qui	puniento

Nesta primeira análise é proposta a verificação da influência da metodologia de determinação de CTOD nas dimensões críticas de descontinuidades. Desta maneira, foi realizada uma análise para a solda longitudinal do costado utilizando os valores obtidos para apenas um corpo de prova representativo de cada condição avaliada (Como recebido, T3 e T5). Os corpos de prova de CTOD escolhidos (e os seus resultados de CTOD) foram definidos pelo critério de maior diferença entre as metodologias ASTM e BS. A Figura 71 apresenta os resultados desta comparação.



Figura 71 Resultados de dimensões críticas para comparação entre as metodologias ASTM e BS

Para a condição de material como recebido, a diferença entre os resultados de CTOD do corpo de prova REF01 foi de 18%. Já para as dimensões críticas de descontinuidade essa diferença passou a ser de 7% (razão mínima entre dimensão ASTM e dimensão BS).

Para a condição de material T3, a diferença entre os valores de CTOD do espécime foi de cerca de 11%. Na análise das diferenças entre dimensões críticas, é possível verificar pontos de inflexão nas curvas "a x 2c". Estas mudanças de inclinação são devidas a mudanças dos domínios das funções (equações) que compõem o procedimento de calculo proposto na norma BS-7910. A diferença entre as alturas de descontinuidades críticas nesta região localizada variam de 14% a 28%( 1,2mm a 3mm) na faixa de comprimentos de descontinuidades de 50mm a 70mm. Fora desta faixa, a diferença entre alturas "a" crítica não são superiores a 1mm.

Conclusões similares podem ser verificadas nos resultados para a condição T5. Na mudança de inflexão das curvas (região correspondente a comprimentos 2c de 5mm a 15mm) as variações entre as dimensões críticas chegam a 100%( diferença de 2mm). A partir de 15mm, apesar de a diferença se manter na ordem de 40%, esta variação representa valores inferiores a 0.8mm.

Desta maneira, a diferença verificada entre os resultados de CTOD obtidos pelas metodologias analisadas em termos gerais foi reduzida para variações das dimensões críticas em valores negligenciáveis do ponto de vista de precisão das técnicas de inspeção (inferiores a 1mm). Merece destaque ainda o fato de que as regiões correspondentes a mudanças de inclinação das curvas podem representar tamanhos de descontinuidades relevantes para a inspeção.No entanto, estas regiões devem ser consideradas pontuais ou casos isolados.

#### 4.6.3. Vaso de pressão – Solda Longitudinal

Para este item, foi analisada a mesma configuração de localização de defeito conforme a Tabela 13, assim como as tensões atuantes. Para as condições de tenacidade, foram consideradas aquelas descritas na mesma tabela. A Figura 72 apresenta os resultados obtidos para as condições propostas na Tabela 14. Numa primeira análise, é possível verificar que mesmo para a condição de 4% de intermetálicos, os as dimensões críticas ainda representam tamanhos de descontinuidades que seriam detectáveis para técnicas de inspeção como ultrassom, por exemplo, mesmo para grandes comprimentos onde a altura máxima de defeito tende para 6mm.Já a condição de 9% de intermetálicos, mesmo as alturas de defeitos críticos para comprimentos de trincas mínimos(10mm a 20mm) estariam abaixo dos limites práticos de dimensionamento das técnicas de inspeção.



Figura 72 Resultados de dimensões críticas para solda longitudinal de Vaso de pressão

Ao se analisar os resultados dos critérios de tenacidades, verifica-se que os resultados obtidos para todos os critérios analisados, representariam dimensões críticas ainda inferiores àquelas correspondentes à condição de 1% de intermetálicos. Apesar de isso já ser esperado (já que pela conversão da Figura 52, o valor de 0,22 mm de CTOD seria superior a todos os critérios de Charpy), é importante a constatação de que mesmo para o menor dos valores dos critérios (27J) ainda são consideradas como críticas alturas de descontinuidades superiores a 4mm.

#### 4.6.4. Vaso de pressão – Solda Bocal-Costado

Neste item, foi analisada a configuração de uma descontinuidade localizada na solda entre um bocal e o costado. A descontinuidade hipotética foi proposta como estando localizada na solda entre o costado (e a chapa de reforço) e o bocal..O comprimento "2c" estaria paralelo à circunferência do cordão de solda. A Figura 73 ilustra um esquema do posicionamento da descontinuidade em um corte transversal à solda.



Figura 73 Esquema de localização do defeito na solda entre um bocal e o costado

A Tabela 15 apresenta as principais dimensões características da junta entre bocal e costado (normalmente utilizada para a determinação das tensões atuantes).

Item	Descrição		
Diâmetro externo do bocal	152,4mm		
Espessura do bocal	26.9 mm		
Altura do bocal	247.5 mm		
Altura da solda bocal-costado	9.5 mm		

Tabela 15 Dados adicionais do equipamento

A Figura 74 apresenta os resultados para as condições propostas na . Os resultados obtidos se mostraram similares ao item anterior, nos quais a condição de 1% de intermetálicos ainda apresentou dimensões detectáveis e todos os critérios de tenacidade implicaram numa condição mais severa do que aquela, representando no entanto uma condição ainda de descontinuidades detectáveis, mesmo que extremamente pequenas.



Figura 74 Resultados de dimensões críticas para resultados de CTOD e critérios de tenacidade (Solda entre bocal e costado de vaso de pressão)

#### 4.6.5. Linha de tubulação de processo - Solda circunferencial

Para o terceiro caso, foi escolhida uma linha de tubulação de uma planta que recebe o petróleo produzido de poços submarinos. Esta linha é projetada conforme o código ASME B31.3 (*Process Piping*). Nesta avaliação, a posição da trinca foi proposta como tendo seu comprimento "2c" ao longo da circunferência do cordão de solda. A Figura 75 apresenta um exemplo deste tipo de tubulação e um esquema de posicionamento da descontinuidade.



Figura 75 Exemplo de tubulação de processo fabricada em aço AISD e esquema de descontinuidade em solda circunferencial

A Tabela 16 apresenta os dados principais do equipamento necessários à avaliação.

Item	Descrição	
Pressão de Projeto	3114,5psi (21,47 MPa)	
Temperatura (Mínima/Máxima) de Projeto	10°C / 100°C	
Diâmetro interno	152,4mm	
Espessura Nominal	18,3mm	

Tabela 16 Dados da tubulação de processo

A Figura 76 apresenta os resultados obtidos para a tubulação avaliada. Os resultados para as condições propostas na Tabela 13 mostraram-se similares aos itens anteriores 4.5.4.e 4.5.5.



Figura 76 Resultados de dimensões críticas para resultados de CTOD e critérios de tenacidade (Solda circunferencial de tubulação de processo)

Apesar das diferenças significativas encontradas pelas duas metodologias de determinação de CTOD (BS e ASTM), para os casos analisados, essa diferença não se manteve significativa nas dimensões de defeitos máximos aceitáveis. Embora obviamente uma tenacidade maior deva resultar em tamanhos de defeitos admissíveis maiores, a diferença entre estas dimensões se manteve dentro da margem de erro das técnicas de inspeção usuais.

Com base nos resultados da Figura 72, Figura 74 e Figura 76, é possível verificar que para as duas condições de presença de intermetálicos (T3 e T5), as dimensões admissíveis de defeitos ainda são compatíveis e detectáveis por técnicas de inspeção não-destrutiva utilizadas em AISD. Sob um ponto de vista essencialmente estrutural, apesar de estas condições representarem soldas de qualidade extremamente baixas, a ocorrência destes materiais em casos reais poderia ainda ser tolerada com base em análises de mecânica da fratura.

Os valores de tenacidade correspondentes aos requisitos de 27J, 40J e CTOD de 0.1mm(30,3J), quando comparados com a Figura 50 permitem verificar que estes níveis de tenacidade representam na verdade uma condição em que os aços AISD já possuiriam uma quantidade significativa de fases intermetálicas. É importante ressaltar que estes requisitos de tenacidade são definidos pelos códigos e normas de projeto, para diferentes temperaturas como temperatura mínima de projeto ou temperatura mínima de operação. Como os equipamentos avaliados nos estudos de caso apresentavam estas temperaturas acima da temperatura ambiente, a temperatura ambiente foi considerada adequada para a realização destes ensaios.

Apesar de em muitos casos ensaios de Charpy por conservadorismo serem realizados a temperaturas negativas, este trabalho buscou comparar o desempenho a temperaturas operacionais, não considerando tal tipo de conservadorismo. Dessa maneira, é possível ressaltar que a simples aplicação destes critérios de tenacidade (27J, 40J e 0.1mm) na prática(ensaios realizados à temperatura ambiente), não garantiria a ausência de fases intermetálicas em quantidades significativas. Ainda assim, a condição de presença de fases intermetálicas poderia não representar uma condição crítica, sob um ponto de vista de risco à fratura, desde que se tenha domínio sobre a presença e as dimensões de eventuais descontinuidades.

## 5. CONCLUSÕES

A presença de fases intermetálicas no aço AISD UNS 32750 reduz fortemente sua tenacidade à fratura. Uma quantidade da ordem de 1% de intermetálicos provoca uma redução de 50% a 60% da tenacidade do metal base, na condição de como fornecido. Já uma quantidade de intermetálicos da ordem de 9% causa uma redução de 90% da tenacidade. Esta tendência estaria de acordo com as referências verificadas neste trabalho.

Os valores de CTOD obtidos pelo procedimento ASTM se mostraram sensivelmente maiores do que aqueles obtidos pelas relações da norma BS para baixos níveis de tenacidade(menores que 0.1mm). Já para maiores níveis, essa relação tende a variar em torno de 1,0, embora tenha sido verificado em referência que os valores obtidos pela norma BS tendem a se tornar maiores. Ainda assim, a diferença entre estes valores não pareceu ter efeito significativo nas dimensões críticas de defeitos para a fratura nos casos de equipamentos analisados.

Apesar da forte redução da tenacidade em presença de intermetálicos, verificou-se que essa presença significativa (e sua tenacidade correspondente) em equipamentos típicos da indústria de processamento de petróleo representaria um cenário que poderia ser controlado (do ponto de vista do risco à fratura) desde que fossem aplicadas técnicas de inspeção não destrutiva para o dimensionamento das descontinuidades. Verificou-se ainda que os níveis de tenacidade dos diversos requisitos avaliados representariam condições do material em que este já apresentaria fração considerável (superior a 1%) destes compostos. Em função disso, para a garantia de ausência de fases intermetálicas em aços AISD, deveriam ser combinadas outras metodologias de avaliação do material, como metalografia e ensaios de corrosão.

O aço AISD UNS 32750 apresentou significativa transição nos seus modos de fratura de acordo com o nível de fases intermetálicas presente. Na condição de como recebido, o material apresentou fratura basicamente controlada por crescimento e coalescimento de *dimples*. Para a condição com cerca de 1% de intermetálicos, o modo de fratura já apresentou características de quase-clivagem, com regiões de clivagem combinadas com *dimples* de diâmetro reduzido em relação à primeira condição. Já na condição de 9% de fases intermetálicas, as fraturas se apresentaram com predominância de zonas de clivagem com escassas regiões de deformação plásticas, representadas por *dimples* ainda mais reduzidos.

# 6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

De maneira a complementes este trabalho, podem ser destacados assuntos e objetivos como:

- Avaliar o efeito de fases intermetálicas na tenacidade à fratura do material através de ensaios de curva J-R, considerando-se a propagação dúctil de trinca.
- Verificação da validade dos parâmetros utilizados na determinação do CTOD, como o fator η (Metodologia ASTM) e o fator rotacional (Metodologia BS), através de simulações numéricas por elementos finitos.
- Avaliação do efeito de fases intermetálicas na propagação de trincas por fadiga em AISD duplex e superduplex.
- Avaliação do efeito de fases intermetálicas na suscetibilidade à fragilização por hidrogênio dos AISD duplex e superduplex.

# 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] ASM. Specialty handbook "stainless steels". American Society for Metals, Ohio:; 1994.

[2] Gunn, R. N. Duplex Stainless Steels: Microestructure, Properties and Applications. Cambridge Abington, 1997.

[3] Ramirez Londoño, A.J., Estudo da precipitação de nitreto de cromo e fase sigma por simulação térmica da zona afetada pelo calor na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex, Tese de Mestrado, 1997, Universidade de São Paulo (USP).

[4] Ramirez Londoño, A.J., Precipitação de fases intermetálicas e austenita secundária na ZAC de soldagens multipasse de aços inoxidáveis duplex, Tese de Doutorado, 2001, Universidade de São Paulo (USP).

[5] Giraldo, C. P. S. Precipitação de fases intermetálicas na zona afetada pelo calor de temperatura baixa (ZACTB) na soldagem multipasse de aços inoxidáveis duplex. Tese de Mestrado, 2001, Universidade de São Paulo (USP).

[6] Anderson, T.L., "Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications" 2ndEd.,CRC Press, Boca Raton,1995.

[7] International Molybdenium association –IMOA. Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels. London, England,2001.

[08] Nilsson J.-O., Super duplex stainless steels, Mater. Sci. Tech., 8 (1992) 685-700.

[09]Gunn R N. Effect of HAZ intermetallic precipitates on the fracture toughness of superduplex stainless steeel, TWI Members Report 624/1997, Setembro 1997.

[10] ET-3000.00-1200-200-PCI-001 - APÊNDICE 16- Requisitos de Qualificação de Soldagem para Superduplex.

[11] Wiesner C. S. Toughness requirements for duplex and superduplex stainless steels, Conf. Proc. "Duplex steinless steels 97", Maastrich,21-23 Outubro 1997, Stainless steel World, paper 107.

[12] Lippold, J.C;Brandi,S.;Varol,I.;Baeslack,W.A.. "Heat-affected zone microstructure and properties in commercial duplex stainless steels". Fourth International Conference Duplex Stainless Steels.Proceedings . Glascow,Scotland,1994,paper 116.

[13] Dhooge A. and Deleu E. Fracture toughness of duplex and superduplex stainless steels at low temperature. Stainless Steel World . Setembro 1995,43-51.

[14] J. Charles, Super Duplex Stainless Steel: Structure and Properties, *Duplex Stainless Steels Conf. Proc.*, Vol 1, Les Editions de Physique, Les Ulis Cedex, France, Oct 1991, p 3-48.

[15] Lippold JC, Kotecki DJ. Welding metallurgy and weldability of stainless steels. John Wiley & Sons; 2005.

[16] BODY COTE – Testign Report N°4564\_09/09

[17] Gunn R. N., Effect of Thermal cycles on 25Cr duplex plates - TWI REPORT, Abril 1995, 505/ 1995.

[18] Gunn R. N., Intermetalic Formation in Super Duplex Stainless Steel simulated Heat Afected Zone- TWI REPORT, Fevereiro 1997, 594/1997

[19] J.M. Pardal, J.M., " Efeitos dos tratamentos termicos nas propriedades mecanicas, magneticas e na resistencia à corrosão de aços inoxidaveis superduplex", Tese de doutorado, Niterói, 2009.

[20] ASM Handbook Volume 1, Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys, ASM International ,2003.

[21] E.M.L.E.M. Jackson, P. E. de Visser, and L. A Cornish. "Distinguising between Chi and Sigma Phases in Duplex Stainless Steel", 1992.

[22] Claes-Ove Pettersson and Sven-Åke Fager, "Welding practice from SANDVIK Duplex Satainless Steels SAF 2304, SAF 2205 and SAF 2507". AB Sandvik Steel, S-811 81 Sandviken, Sweden, 1994

[23] I-ET-3010.64-1320-955-KFE-518 , "GTAW welding procedure specification for ASTMA790UNSS32750 using SANDVIK 25.10.4.L", PETROBRAS-52, 2005.

[24] B. JOSEFSSON, J.-O. NILSSON, and A. WILSON: Proc. Conf'Duplex stainless steels '91', 67; 1991, Les VIis, France, LesEditions de Physique.

[25] Smuk, O. Microstructure and Properties of Modern P/M SuperDuplex Stainless Steels, Stockholm,2004, Doctoral Thesis. Department of Materials Science and Engineering, Division of Ceramics Royal Institute of Technology.

[26] Dhooge A., Deleu E., Low temperature fracture toughness of thick duplex and superduplex stainless steel weldments, Weld. World (UK), 39 (1997) 47-52.

[27] S. Topolska , J. Łabanowski, Effect of microstructure on impact toughness of duplex and superduplex stainless steels. Journal of achievements in Mat. and Manuf. Eng., Vol.36, Issue 2. Outubro ,2009.

[28] ASTM E923. Standard test method for Detecting detrimental intermetallic phase in duplex austenitic/Ferritic stainless steels.: ASTM; 2008.

[29] Martins, M.; "Caracterização microestrutural-mecanica e resistencia à corrosão do aço inoxidável duplex ASTM A890/A890M Grau 6<sup>a</sup>", Tese de Doutorado, 2006, Universidade de São Paulo (USP).

[30] Johansson R. E., Nilsson J.-O., Fracture Toughness of Austenitic and Duplex Stainless, Stainless Steel '84, Göteborg, Sweden, (1984) 446-451.

[31] BS 4515- "Specification for Welding of steel pipelines on land and offshore / Duplex stainless steel pipelines, British Standard, Part 2. 1999.

[32] S. P.V. Mahajanam, R. P. Case, H. E. Rincon, D, R. McIntyre, M.W. Joosten; "Effect of Sigma Phase on the Corrosion and Stress Corrosion of 2205 and 2507 Duplex Stainless Steels" CORROSION/2011. 2011, NACE.

[33] Sandvik.Workshop: Fabricacao de equipamentos e sistemas em aços inoxidaveis superduplex. Como garantir o desempenho em serviço. CENPES, Petrobras, 28/10/2008. Slides das apresentações.

[34] Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications ASTM; 2008.

[35] T. Børvik, H. Langeb, L.A. Markenc, M. Langsetha, O.S. Hopperstada, M. Aursandc, G. Rørvikc, "Pipe fittings in duplex stainless steel with deviation in quality caused by sigma phase precipitation", Materials Science and Engineering A 527 (2010) 6945–6955.

[36] Marcelo Martins, Luiz Carlos Casteletti "Sigma phase morphologies in cast and aged super duplex", Materials Characterization

[37] Francis, R. Discussion on a influence of sigma phase on general and pitting corrosion resistance of SAF 2205 duplex stainless steel. British Corrosion Journal. V27,n4,pp319-20,1992.

[38] A J Leonard, P Woollin and D C Buxton, "Effect of intermetallic phases on corrosion resistance of superduplex and superaustenitic stainless steel weldments" -Stainless Steel World Conference, The Hague, Netherlands, 13-15 November 2001 Manuscript number : P0185

[39] Comunicação Ténica TMEC 65/09, "Análise preliminar de falha em tubulação de superduplex UNS32750", Centro de Pesquisas da PETROBRAS, Rio de Janeiro, Novembro de 2009.

[40] Pardal, J.M., Tavares, S.S.M., Fonseca, M.P.C., Souza, J.A., Costa, V.C, Ferreira, M.L.R., D`Ávila, C.R., "Caracterizacao e quantificação das fases precipitadas por réplicas

metalográficas no aço inoxidável superduplex" – 10 Conferencia sobre Tecnologia de Equipamentos, Salvador, 2009.

[41] Tavares, S. S. M.et al. Characterization of Microestructure, Chemical Composition, Corrosion Resistence and Toughness of a Multipass Weld Joint of Superduplex Stainless Steel UBS S32750. Materials Characterization, 56. 2007.

[42] J.M. Pardal, S.S.M. Tavares, M. Cindra Fonseca, J.A. de Souzaa, R.R.A. Côrtea, H.F.G. de Abreub, "Influence of the grain size on deleterious phase precipitation in superduplex stainless steel", Materials characterization 60(2009) 165-172

[43] Pohl,M., Storz , O. e Glogowsk, T., "Effect of intermetallic precipitations on the properties of duplex stainless steel" Materials Characterization 58 (2007) 65-71

[44] Dhooge A. and Deleu E. Weldability and fracture behavior of duplex and superduplex stainless steels.In: Proceedings Duplex Stainless Steels 1994, paper 77, vol.3.

[45] Dhooge A. and Deleu E. " Fracture toughnessof welded thick walled duplex stainless steels.In: Duplex stainless steels 1997 – World conference, 1997.

[46] H. Sieurin, R. Sandstrom, Fracture toughness of welded duplex stainless steel, Engineering Failure Analysis 73 (2006) 377-390.

[47] ASME

[48] Gunn R. N., Reduction in fracture toughness due to intermetallic precipitates in duplex stainless steels, Duplex America 2000, Houston, USA, (2000) 299-314.

[49]Deleu E., Dhooge A., Fracture toughness of welded thick walled duplex stainless steels, ,Duplex Stainless Steels '97, Maastricht, Netherlands, 1 (1997) 387-394.

[50] Martins, M.; "Caracterização microestrutural-mecanica e resistencia à corrosão do aço inoxidável duplex ASTM A890/A890M Grau 6<sup>a</sup>", Tese de Doutorado, 2006, Universidade de São Paulo (USP).

[51] Sieurin, H.; Fracture Toughness Properties of Duplex Stainless Steels. Tese de Doutorado. Royal Institute of Technology. Stockolm, Sweden, 2006.

[52] Norsok Standard M630 - Material data sheets and element data sheets for piping Edition5, September 2010

[53] A. V. Kington and F. W. Noble "Sigma phase embrittlement of a type 310 stainless steel" Materials Science and Engineering, A138 (1991) 259-266

[54]Fargas,G., Anglada,M, Mateo, A., "Effect of the annealing temperature on the mechanical properties, formability and corrosion resistance of hot-rolled duplex stainless steel", Journal of materials processing technology 209 (2009) 1770–1782.

[55] Otarola, T., Hollner, S., Bonnefois, B., Anglada, M., Coudreuse, L., Mateo, A., 2005.
Embrittlement of a superduplex stainless steel in the range of 550–700 °C. Eng. Fail. Anal. 12 (6), 930–941

[56] Hutchinson, W.B., Ushiola, K., Runnsj<sup>..</sup> o, G., 1985. Anisotropy of tensile behaviour in a duplex stainless steel sheet. Mater. Sci. Technol. 1 (9), 728–731.

[57] Karlsson, L., 1999. Intermetallic phase precipitation in duplex stainless steels and weld metals: metallurgy, influence on properties and testing aspects. WRC Bull. 438, 1–23.

[58] Davison, R. M.; Redmond, J. D. Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steels. Materials Performance, Vol. 29, No 1. Houston, 1990

[59] Nassau, L.; Meelker, H.; Hilkes, J., Welding Duplex and Super Duplex Stainless Steels, Pergamon Press Ltd, 1993

[60] BS 7448, Fracture mechanics toughness tests, Method for determination of KIc, critical CTOD and critical J values of metallic materials, British Standard, Part 1.

[61] ASTM 1290, Standard test method for Crack-Tip Opening Displacement (CTOD) Fracture, Toughness Measurement, ASTM; 1998.

[62] ASTM 1820. Standard test method for Measurement of Fracture Toughness, ASTM; 2006.

[63] T. Tagawa, Y. Kayamori; "Transformation of BS7448-CTOD to ASTM E1290-CTOD

", Proceedings of PVP2008 2008 ASME Pressure Vessels and Piping Division Conference July 27-31, 2008, Chicago, Illinois, USA

[64] Kolednik, O. "On the calculation of cod from the clip gage displacement in ct and bend specimens" - Engineering Fracture Mechanics Vol. 29, No2. , pp. 173-188, 1988.

[65] Dhooge A. and Deleu E. Low temperature fracture toughness of thick duplex and superduplex stainless steel weldments.Welding World 1997;39(1);47-52.

[66] Donato, G., Ruggieri, C., "Estimation Procedures for J and CTOD Fracture ParametersUsingThree-PointBendSpecimens",10165pp.149-157,IPC.September 25–29, 2006, Calgary, Alberta, Canada.

[67] Landes, J.D., Fracture toughness testing and estimation Comprehensive Structural Integrity, Volume 7; pp. 49–88 [68] Anderson , T.L. , McHenry , H.I. and DAves, M.G,

[68] G. Straffelini, S. Baldo, I. Calliari, and E. Ramous Effect of Aging on the Fracture Behavior of Lean Duplex Stainless Steels; The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International 2009

[69] A J Leonard, P Woollin and D C Buxton, "Effect of intermetallic phases on corrosion resistance of superduplex and superaustenitic stainless steel weldments" -

Stainless Steel World Conference, The Hague, Netherlands, 13-15 November 2001 Manuscript number : P0185

[71] Kirk ,M.T., e Dodds Jr., R.H., J and CTOD estimation equations for shallow cracks in single edge notch bend specimens ". Ship Materials Engineering Department Research and Development Report preparado para Division of Engineering, Office of Nuclear Regulatory Research ,U.S. Nuclear Regulatory Commission. Janeiro, 1993, Washington DC, EUA..

[72] Ruggieri, C., Mecânica da Fratura Elasto-plastica, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais,2008.

[73] J. Morrison, K. J. Karisallen "An experimental comparison of J and CTOD estimation formulas" -. Engineering Fracture Mechanics Vol. 51, No. I, pp. 145-149, 1995

[74] Tetsuya Tagawa, Yoichi Kayamori, Mitsuru Ohata, Tsunehisa Handa, Tomoya Kawabata, Yoichi Yamashita, Kazuyuki Tsutsumi, Hitoshi Yoshinari, Shuji Aihara, Yukito Hagihara, "Comparison of CTOD standards: BS 7448-Part 1 and revised ASTM E1290", Engineering Fracture Mechanics, Volume 77, Issue 2, January 2010, Pages 327-336.

[75] BS-7910 "Guide to methods for assessing the accptability of flaws in metallic structures", 2005