Universidade Federal do Rio de Janeiro

INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE GRÃO DA AUSTENITA PRÉVIA NAS PROPRIEDADES DE TUBO DE AÇO 1%Cr-0,2%Mo SOLDADOS POR ERW/HFIW

Mariana Anastácia de Oliveira



INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE GRÃO DA AUSTENITA PRÉVIA NAS PROPRIEDADES DE TUBO DE AÇO 1%Cr-0,2%Mo SOLDADOS POR ERW/HFIW

Mariana Anastácia de Oliveira

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: João da Cruz Payão Filho

Rio de Janeiro Março de 2014

INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE GRÃO DA AUSTENITA PRÉVIA NAS PROPRIEDADES DE TUBO DE AÇO 1%Cr-0,2%Mo SOLDADOS POR ERW/HFIW

Mariana Anastácia de Oliveira

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 METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

Prof. João da Cruz Payão Filho, Dr.-Ing.

Prof. José Antônio da Cunha Ponciano Gomes, D. Sc.

Prof. Sérgio Souto Maior Tavares, D. Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ - BRASIL MARÇO DE 2014 Oliveira, Mariana Anastácia.

Influência do tamanho de grão da austenita prévia nas propriedades de tubo de aço 1%Cr 0,2%Mo soldados por ERW/HFIW / Mariana Anastácia de Oliveira. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2014.

XXI, 102 p.: il., 29,7 cm

Orientador: João da Cruz Payão Filho.

Dissertação (Mestrado) - UFRJ / COPPE / Programa de

Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2014.

Referências Bibliográficas: p. 99-102

1. Aços alta resistência baixa liga. 2.Tubos OCTG. 3. Tratamentos Térmicos, 4. Propriedades Mecânicas. I. Payão Filho, João da Cruz. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. III. Título.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais Jorge Luiz de Oliveira e Maria Aparecida de Oliveira, a quem honro pelo esforço e dedicação na formação de seus filhos. Aos meus irmãos e sobrinhos pela confiança e apoio. Ao Thiago pela confiança, paciência, amor e compreensão ao longo desses anos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a **Deus** por ter me dado forças e iluminado meu caminho.

A minha família pela paciência e incentivo em especial ao meu pai **Jorge**, que sempre esteve ao meu lado, apoiando as minhas escolhas.

Aos amigos que tive o prazer de conhecer nesta jornada, em especial o **Matheus Campolina, Érica Senatore Samara Silva e Marcus Vinícius** que estiveram ao meu lado durante este percurso, dando suporte necessário para a conclusão da dissertação.

Aos meus Mestres, tutores do saber, que revestidos com o dom do ensino foram capazes de me transmitir o conhecimento em especial ao meu orientador **João da Cruz Payão Filho** pelos conhecimentos a mim fornecidos, confiança, aprendizado e dedicação que muito contribuíram para a conclusão deste trabalho.

Ao professor **Sérgio Souto Maior Tavares** pela aceitação, incentivo, confiança, amizade e principalmente pelos ensinamentos que foram fundamentais na conclusão dessa etapa.

Ao Professor **José Antônio da Cunha Ponciano Gomes** e sua equipe pelo apoio e ajuda com equipamentos e ensaios.

Aos Técnicos do PEMM, **Oswaldo, Nélson, Laércio, Marcus e Alecir**, pela imensurável e valorosa ajuda durante a parte experimental deste trabalho.

Agradeço a **Apolo Tubulars**, por acreditar que o investimento em pesquisa traz resultados para o negócio e com isso abrir as portas para o presente o trabalho.

Aos amigos de Lorena em especial ao **Sr. Wilson Rosa Cordeiro, Luís Carlos Rodrigues Melo e Luiz Paulo Boni**, pelo apoio, incentivo, paciência e ensinamentos fundamentais para a execução deste trabalho.

Ao **Centro de Tecnologia SENAI Solda – RJ** e equipe pelo apoio conhecimentos fornecidos e equipamentos disponibilizados para execução de ensaios.

"Meu conhecimento é como um mosaico, pois é formado pela união do conhecimento que consegui adquirir com cada pessoa importante que passou pela minha caminhada."

MUITO OBRIGADA!

v

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

INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE GRÃO DA AUSTENITA PRÉVIA NAS PROPRIEDADES DE TUBO DE AÇO 1%Cr -0,2%Mo SOLDADOS POR ERW/HFIW

Mariana Anastácia de Oliveira

Março/2014

Orientador: João da Cruz Payão Filho

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

O aço alta resistência baixa liga com 1% cromo e molibdênio é usado em tubulações na indústria do petróleo devido à sua elevada resistência mecânica, boa resistência à corrosão sob tensão e ao seu baixo custo de fabricação. Sua resistência à corrosão sob tensão é influenciada pela microestrutura totalmente martensítica, pela elevada temperatura de revenido e pelo grão de austenita prévia pequeno. Além destes fatores, a resistência mecânica e a dureza também dependem de tratamento térmico adequado. O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito de dois diferentes ciclos de austenitização nas propriedades mecânicas e químicas do aço com 0,2% molibdênio. A microestrutura foi analisada por microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) As propriedades mecânicas, por ensaios de tração, dureza, dobramento e impacto. As propriedades químicas foram analisadas por ensaio de tração com baixa taxa de deformação (BTD), realizados ao ar e em solução de tiossulfato. A soldagem do material pelo processo de ERW/HFIW foi satisfatória, os ciclos de tratamento térmico industrial proposto foram efetivos para obtenção de diferentes tamanhos de grão de austenita prévia, possibilitando a comparação do seu efeito nas propriedades do material. Os resultados foram satisfatórios e permitiram classificar o aço como adequado ao uso em determinadas condições de trabalho, solicitadas em instalações de petróleo e gás.

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

INFLUENCE OF THE SIZE OF THE PRIOR AUSTENITE GRAIN PROPERTIES OF STEEL PIPE 1% Cr-0.2% Mo WELDED FOR ERW / HFIW

Mariana Anastácia de Oliveira

March/2014

Advisor : João da Cruz Payão Filho Department: Metallurgical and Materials Engineering

The steel High Strenght Low Alloy (HSLA) with 1% chromium and 0,2% molybdenum is used in pipelines in the oil industry due to its high mechanical strength, good resistance to stress corrosion and its low-cost manufacturing. Its resistance to stress corrosion cracking is influenced by the fully martensitic microstructure, by high tempering temperature and the prior austenite grain small. Besides these factors, the mechanical strength and hardness also depends on appropriate heat treatment. The objective of this study was to evaluate the effect of two different cycles of austenitizing the mechanical and chemical properties of the steel with 0.2 % molybdenum. The microstructure was analyzed with optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM). The mechanical properties, tensile, hardness and toughness. The chemical properties were analyzed by Slow Strain Rate Tests (SSRT), performed in thiosulfate solution and on the air . The welding process for ERW / HFIW was satisfactory, the industrial heat treatment cycles have been effective for obtain the prior grain size austenite, dissimilar. Allowing the comparison of their effect on the properties of the material. The results were satisfactory and allowed to classify steel as suitable for use in certain working conditions requested in oil and gas facilities.

Índice

CAPÍT	ULO	1
1 In	trodu	ção1
CAPÍT	ULO	2
2 Re	evisão	bibliográfica
2.1	Aço	os Cr-Mo 4
2.	1.1	Histórico
2.	1.2	Elementos de liga
2.	1.3	Tratamentos térmicos e a evolução microestrutural7
2.2	Os	tubos OCTG e o processo de fabricação de tubos soldados por ERW/HFIW
2.3	Car	acterísticas da microestrutura formada por Martensita Revenida
2.4	Infl	uência da taxa de aquecimento na transformação austenítica
2.5	Ens	aios de tração com baixa taxa de deformação (BTD) – [NACE TM0198] 18
CAPÍT	ULO	3
3 M	ateria	is e métodos
3.1	Ma	teriais
3.2	Pro	cedimento de Soldagem 21
3.3	Tra	tamentos térmicos
3.4	Car	acterização Microestrutural
3.4	4.1	Preparação de amostras para metalografia
3.4	4.2	Análises Quantitativas
3.5	Car	acterização Mecânica
3.:	5.1	Ensaio de Tração
3.:	5.2	Ensaio de Impacto

	3.5.3	Ensaio de Dureza	32
	3.5.4	Microdureza	34
	3.5.5	Ensaio de Dobramento	34
	3.6	Caracterização Química	35
	3.6.1	Ensaio de tração com Baixa Taxa de Deformação (BTD)	35
С	APÍTUI	.0 4	39
4	Resu	ltados e Discussão	39
	4.1 A	A Composição Química	39
	4.2	Fratamento térmico	40
	4.3	Caracterização Microestrutural	44
	4.3.1	Austenita prévia	44
	4.3.2	Caracterização do material como soldado	47
	4.3.3	Caracterização do material temperado	50
	4.3.4	Caracterização do material temperado e revenido	58
	4.4 0	Caracterização Mecânica	65
	4.4.1	Ensaio de tração	65
	4.4.2	Ensaio de Impacto	70
	4.4.3	Ensaio de dureza	81
	4.4.4	Microdureza	83
	4.4.5	Dobramento	84
	4.5 0	Caracterização da Resistência à Corrosão Sob Tensão por Sulfetos	85
	4.5.1	Ensaio de BTD	85
С	APÍTUI	.0 5	96
5	Conc	lusão	96
R	eferênci	as bibliográficas	99

Lista de Figuras

Figura 1 - Tensão até a ruptura em 100 h para várias ligas, em destaque a faixa dos aços 1% cromo. Adaptado de [6]
Figura 2 - Tensão Resistências à oxidação e à fluência para vários tipos de ligas. Adaptado de [6]
Figura 3 - Desenho esquemático das microestruturas e da distribuição dos carbetos para aços ferríticos contendo cromo e molibdênio. Adaptado de [8]7
Figura 4 - Fluxograma da linha de produção de tubos OCTG (tubing EUE API 5CT) Adaptado de [7]
Figura 5 - Representação do mecanismo de soldagem HFIW a partir de bobinas de indução. Cortesia da Apolo Tubulares
Figura 6 - Representação esquemática de V físico e V térmico, adaptado da cortesia da Apolo Tubulares
Figura 7 - Representação esquemática do efeito de pele e de borda devido ao uso da alta frequência na soldagem ERW. Adaptado de cortesia da Apolo Tubulares
Figura 8 - Imagem de corte transversal à solda, onde se observa a zona termo mecanicamente afetada, reforço da soldagem e linha de solda
Figura 9- Imagem representativa da macrografia e micrografia da soldagem ERW/HFIW
Figura 10 - Representação esquemática dos movimentos de deformação que ocorrem durante a soldagem
Figura 11 - Fração volumétrica de austenita formada em função da temperatura, para as taxas de aquecimento 0,1 e 1,0 °C/s (adaptado)[13]
Figura 12 - Micrografia por microscopia de luz visível do material em estudo antes do processamento industrial, em (A) grão de Ferrita-α e (B) grão de perlita, aumento de 1000x. Ataque nital 2%

Figura 13 - Temperatura x Tempo representativa da sequência de transformação esquemática durante tratamento térmico da amostra austenitizada a 890°C e revenida a 680°C
Figura 14 - Diagrama de transformação do aço ARBL contendo 1%Cr e 0,2%Mo, gerado utilizando o software SteCalc 3.0
Figura 15 – Rota 1 proposta para tratamento térmico das amostras tratadas termicamente em condições laboratoriais
Figura 16 – Rota 2 proposta para tratamento térmico das amostras tratadas termicamente em condições laboratoriais
Figura 17 – Rota 1 proposta para tratamento térmico das amostras tratadas termicamente em condições industriais
Figura 18 - Rota 2 proposta para tratamento térmico das amostras tratadas termicamente em condições industriais
Figura 19 - Imagem dos fornos de indução e jatos de água utilizados no processo de resfriamento durante tempera
Figura 20 - Representação esquemática do padrão de contagem de interceptos utilizada. 28
Figura 21 - Representação esquemática da localização das posições de onde foram retirados os corpos de prova para realização dos ensaios mecânicos das amostras processadas na condição industrial. Adaptado de [2]
norma ASTM A370 - 11
Figura 23 - Representação esquemática da localização das endentações realizadas no ensaio de dureza das amostras na condição industrial. MB corresponde ao metal de base e JS corresponde a região da junta soldada
Figura 24 - Máquina de tração BTD utilizada em ensaios realizados ao ar e em solução.
Figura 25 - Aspecto e dimensão dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração BTD

Figura 36 - Micrografias obtidas em microscópio de luz visível da amostra na condição soldada para um aumento de 500X. Observa-se uma microestrutura com morfologia característica do processo de soldagem conhecido como ampulheta. Ataque Nital 2%.48

Figura 41 - Micrografia obtida em microscópio eletrônica de varredura da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 890°C, magnificação de 500X, Nital 2%. Observa-se uma microestrutura formada majoritariamente por ripas de martensita..... 51

Figura 43 - Micrografia obtida em microscópio eletrônica de varredura da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 1000°C, magnificação de 500X, Nital

Figura 47 - Micrografia obtida em microscópio eletrônica de varredura da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C, magnificação de 2000X, Nital 2%, região a 90° da linha de solda. Microestrutura composta por grandes grãos colunares de martensita e uma pequena fração volumétrica de ferrita não transformada e bainita. ... 54

Figura 48 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 890°C, aumento de 50X, Nital 2%, região soldada. . 55

Figura 49 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C, aumento de 50X, Nital 2%, região soldada 55

Figura 70 - Gráficos comparativos dos resultados obtidos com os valores limites recomendados pela norma API 5CT/ISO11960 [22] para o grau C110 e P110 do limite de resistência (LR) e limite de escoamento (LE), onde T890°C representa a austenitização a 890°C e T1000°C representa a amostra austenitizada a 1000°C e revenida a 670°C na condição industrial (Ind.) do ensaio de tração transversal na linha Figura 71 - Dureza x impacto das amostras austenitizadas a 890°C (1T) e austenitizada Figura 72 - Fractografia da amostra temperada a 890°C na condição laboratorial. Magnificação de 1000X......71 Figura 73 - Fractografia da amostra temperada a 1000°C na condição laboratorial. Magnificação de 1000X......72 Figura 74 - Fractografia amostra temperada a 890°C e revenida a 300°C, na condição laboratorial. Magnificação de 1000X......72 Figura 75 - Fractografia amostra temperada a 890°C e revenida a 700°C, na condição Figura 76 – Curva da energia de impacto versus temperatura das amostras na condição soldada. Onde LS-T refere-se ao ensaio realizado transversalmente a linha de solda e Figura 77 - Curva da energia de impacto versus temperatura das amostras na condição temperada realizados longitudinalmente ao metal de base. Onde 1T refere-se ao material Figura 78 - Curva da energia de impacto versus temperatura das amostras na condição

Figura 79 - Curva da energia de impacto *versus* temperatura comparativo das amostras na condição revenidas da região soldada. Onde TR refere-se ao material na condição temperado e revenido, CS refere-se ao material na condição como soldado, 1A refere-se

ao material austenitizado a 890°C ,2A refere-se ao material austenitizado a 1000°C e CM o material na condição como soldado
Figura 80 - Fractografia da amostra na condição como soldada, realizado no metal de base na posição longitudinal, à temperatura de -50. Magnificação de 500X
Figura 81 - Fractografia da amostra na condição como soldada, realizado no transversalmente a linha de solda, à temperatura de -50°C. Magnificação de 500X77
Figura 82 – Fractografia da amostra temperada a 890°C e revenida a 670°C na condição industrial, realizado no metal de base na posição longitudinal, à temperatura de -50°C. Magnificação de 500X
Figura 83 – Fractografia da amostra temperada a 890°C revenida a 670°C na condição industrial, realizado transversalmente a linha de solda, à temperatura de -50°C. Magnificação de 500X
Figura 84 – Fractografia da amostra temperada a 890°C, realizado no metal de base na posição longitudinal, à -50°C. Magnificação de 500X
Figura 85 - Fractografia da amostra temperada a 1000°C, realizado no metal de base na posição longitudinal, à -50°C. Magnificação de 500X
Figura 86 – Fractografia da amostra temperada a 1000°C e revenida a 670°C na condição industrial, realizado transversalmente a linha de solda, à temperatura de -50°C. Magnificação de 500X
Figura 87 - Fractografia da amostra temperada a 1000°C e revenida a 670°C na condição industrial, realizado no metal de base na posição longitudinal, à temperatura de -50°C. Magnificação de 500X
Figura 88 - Dureza das amostras temperadas na condição laboratorial e industrial, onde T890°C e T1000°C
Figura 89 - Dureza das amostras temperadas e revenidas na condição laboratorial e industrial, onde T890°C e T1000°C representam a austenitização a 890°C e 1000°C, respectivamente, e revenidas a 670°C na condição industrial (Ind.) e revenidas a 700°C na condição laboratorial (Lab.)

Figura 103 - Superfície de fratura da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada em solução
Figura 104 - Fractografia da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada em solução 90
Figura 105 - Amostra temperada a 1000°C ensaiada em solução
Figura 106 - Superfície de fratura da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada em solução
Figura 107 - Fractografia da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada em solução 90
Figura 108 - Micrografia obtida por MEV de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada em solução. Região 1 corresponde a matriz e região 2 corresponde a região da trinca visualmente secundária
Figura 109 - Espectro de EDS de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada em solução. Região 1 correspondente a matriz
Figura 110 -Espectro de EDS de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada em solução. Região 2 corresponde a região da trinca visualmente secundária
Figura 111 e 112 - Micrografia obtida por MEV de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada em solução. Região 1 corresponde a uma trinca externa e região 2 corresponde a uma trinca visualmente secundária
Figura 113 - Espectro de EDS de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada em solução. Região 1 corresponde a uma trinca externa
Figura 114 - Espectro de EDS de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada em solução. Região 2 corresponde a uma trinca visualmente secundária

Lista de Tabelas

Tabela 1- Composição Química do aço em estudo (%em peso)
Tabela 2 - Representação dos dados do ensaio realizado
Tabela 3 - Composição química da solução utilizada nos ensaios de tração BTD 37
Tabela 4- Composições químicas do material em estudo e dos aços da normaAPI5CT/ISO11960
Tabela 5 – Tamanho de grão da austenita prévia das amostras austenitizadas a 890° e a 1000°C na condição laboratorial e industrial
Tabela 6 - Requisitos de tração para os aços L80, C110 e P110 da norma API5CT/ISO11960 [3]
Tabela 7 - Comparação do material em estudo com material utilizado por Souza (2012),quanto a composição química, ciclo de tratamento térmico e dureza.86
Tabela 8 - Valores obtidos nos ensaios de tração sob baixa taxa de deformação. Sendo
T890°C os resultados para as amostras austenitizadas a 890°C e T1000°C os resultados
para as amostras austenitizadas a 1000°C e L80 o material estudado por Souza (2012)
[3] ensaiadas ao Ar e em solução (Sol.)

CAPÍTULO 1

1 Introdução

A evolução tecnológica do setor de óleo e gás é impressionante: durante os anos 70, a crise do petróleo eclodiu de forma surpreendente, levando todo o mundo ocidental à racionalização do consumo deste combustível e seus derivados, motivo pelo qual, neste mesmo período, foram intensificados os esforços para a descoberta de novas reservas. A exploração de poços mais profundos e de plataformas continental, antes consideradas inóspitas para produção, e antieconômicas passaram a ser consideradas economicamente viáveis [1]. Atualmente o cenário não é idêntico, mas de uma forma geral é bem parecida com o que aconteceu nos anos 70, o cenário de guerra nos países exploradores e produtores de petróleo e a descoberta de reservas no pré-sal, impulsionaram esforços para tornar viável a exploração em condições mais severas. Nos anos 70, as questões do petróleo relacionadas à necessidade de melhorar o equilíbrio da balança comercial brasileira provocaram uma grande demanda por classes de aços com características especiais, tais como, os aços alta resistência baixa liga (ARBL), aços com mais alta resistência, mais baixo teor de carbono equivalente e soldabilidade satisfatória. Diferentemente daquele período, atualmente o Brasil é capaz de produzir aços especiais e os esforços podem ser, também, direcionados aos estudos destes materiais quando aplicados em condições mais severas e que exijam maior resistência mecânica e resistência à corrosão, ou fabricados por processos que os tornem economicamente ainda mais viáveis.

Os tubos sem solda são os principais tubos utilizados nas operações em poços petrolíferos, devido à sua confiabilidade. No entanto tubos soldados pelo processo de resistência por indução de alta frequência (ERW/HFIW - Electric Resistence Welding / High Frequence Induction Welding) ganharam espaço na indústria petrolífera à medida que a tecnologia de soldagem foi evoluindo, sendo os aços de grau mais baixo, como H40 e J55 fabricados e comercializados atualmente por este processo [2]. Os tubos utilizados em poços de petróleo e gás na perfuração e extração, conhecidos como: tubos de perfuração (Drilling); tubos de revestimento (Casing) e tubos de produção (Tubing); também são chamados de tubos OCTG (Oil Country Tubular Goods). As especificações destes tubos devem atender a norma (American Petroleum Institute) API 5CT / ISO

11960 (Petroleum and natural gás industries - Steel pipes for use as casing or tubing for wells) [3]. Os Tubos de aço carbono e aço ARBL não são adequados para aplicações em de ambientes com presença de H_2S e CO_2 simultaneamente. Podem ser utilizados para aplicações em ambientes com baixa quantidade de CO_2 (gás carbônico) e também podem ser utilizados em ambientes com baixa presença de H_2S (ácido sulfídrico) [4].

O grau do aço, de acordo com a norma API 5CT / ISO 11960 está diretamente relacionado à resistência mecânica, que por sua vez está em muitas situações diretamente relacionada ao ciclo de tempera e revenimento ao qual são submetidos, uma vez que a composição química determinada por norma é muito abrangente. De uma forma geral também se pode relacionar o grau do aço utilizado na fabricação das tubulações à profundidade de operação em poços petrolíferos, pois elas devem ser capazes de suportar as tensões inerentes da operação e também o próprio peso da coluna de tubos, onde o fator resistência mecânica é fundamental.

É neste cenário que o presente trabalho se enquadra: estudar a fabricação pelo processo ERW/HFIW, de tubos OCTG do tipo casing, com diâmetro de $2\frac{7}{8}$ de polegada, utilizando um aço ARBL contendo aproximadamente 1%Cr e 0,2%Mo, que originalmente foram desenvolvidos para processos de fabricação de tubos laminados, também conhecidos como tubos sem costura ou sem solda. O que torna este estudo viável e inovador é a possibilidade de se aliar a alta qualidade da solda realizada pelo processo ERW/HFIW após tempera e revenimento ao baixo custo de fabricação dos tubos quando comparado ao processo original, além de possibilitar:

- A redução do Capex ("Capital Expenditure"), ou seja, redução do montante de investimentos realizados em equipamentos e instalações petrolíferas, de forma a mantê-los em funcionamento e, assim, garantir a produção de petróleo e gás, uma vez que o processo de fabricação de tubos por ERW/HFIW do novo grau de aço poderá possibilitar uma redução no valor de venda do mesmo;
- O aumento do conteúdo nacional, ou seja, o aumento da utilização de produtos fabricados no Brasil em equipamentos e instalações petrolíferas, atendendo a imposições continentais, que impactam diretamente no aumento da geração de emprego e renda para o país;
- A economia de divisas, ou seja, redução da importação de tubos, impactando positivamente na balança comercial brasileira.

O aço alta resistência baixa liga com 1% cromo e molibdênio é utilizado devido à sua elevada resistência mecânica, boa resistência à corrosão e ao seu baixo custo de fabricação [2]. Sua resistência à corrosão é influenciada por uma microestrutura totalmente martensítica, pela elevada temperatura de revenido e pelo grão de austenita prévia pequeno. Além destes fatores, a resistência mecânica e a dureza também dependem de tratamento térmico adequado. Como inicialmente o aço ARBL em estudo foi desenvolvido para a fabricação de tubos laminados, ao introduzirmos a fabricação dos tubos por ERW\HFIW se fez necessário uma analise detalhada de todos os requisitos normatizados que os mesmos devem atender. Desta forma, o objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito de dois diferentes ciclos de austenitização para uma mesma temperatura de revenido nas propriedades mecânicas e químicas deste aço. Os tubos soldados foram temperados em água após austenitizados a 890°C e a 1000°C, e revenidos a 670°C em condições laboratoriais e temperados em água após austenitizados a 890°C e a 1000°C, e revenidos a 700°C em condições industriais. Em cada uma destas etapas a microestrutura foi analisada por microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) com identificação dos precipitados presentes via análise de dispersão de raios-X (EDS). As propriedades mecânicas, foram analisadas por ensaios de tração, dureza e impacto, e a resistência a corrosão por ensaio de tração sob baixa taxa de deformação (BTD), realizados ao ar e em solução de tiossulfato. As superfícies de fratura dos corpos-de-prova de impacto e ensaio de BTD foram observadas com microscópio eletrônico de varredura (MEV).

A soldagem do material pelo processo de ERW/HFIW foi satisfatória, tendo sido aprovada na inspeção de ultrassom, teste hidrostático e dobramento. Os ciclos de tratamento térmico industrial proposto foram efetivos para obtenção de tamanhos de grão da austenita prévia diferentes, possibilitando a comparação do seu efeito nas propriedades do material. Os resultados de tração do material não permitiram sua classificação para o grau L80 1% Cr, no entanto permitiram classificá-lo para o Grau P110 e C110, quanto aos requisitos de resistência mecânica. O material apresentou maior suscetibilidade à corrosão, comparativamente ao L80 1% Cr estudado por Souza (2012) [3]. Os resultados foram satisfatórios e permitiram classificar o aço como adequado ao uso em determinadas condições de trabalho, solicitadas em instalações de petróleo e gás.

CAPÍTULO 2

2 Revisão bibliográfica

2.1 Aços Cr-Mo

2.1.1 Histórico

A popularização do emprego dos aços ferríticos, ocorreu nos anos 50, com o desenvolvimento das ligas ferríticas, 0,5CrMoV, 1,25Cr0,5MoV e 2,25Cr1Mo. Durante os anos seguintes a aplicação desta classe de aços tornou-se mais difundida, porém o uso em aplicações a temperaturas críticas mostrou que estes ainda eram susceptíveis a falhas especialmente quando utilizados em condições envolvendo soldas, fluência e ambientes corrosivos [5].

Atualmente os aços do grupo Cr-Mo são amplamente utilizados em aplicações diversas na indústria química, petrolífera ou de gás, além de termoelétricas convencionais, supercríticas e até ultracríticas. Podem ser encontrados em componentes como vasos de pressão, trocadores de calor, válvulas, rotores de turbinas, tubulações entre outras aplicações. Comercialmente estão disponíveis sob a forma de peças forjadas, tubos, canos, peças fundidas ou chapas [5].

As figuras 1 e 2 tecem um comparativo em função da resistência à fluência e resistência à corrosão, respectivamente, dos aços da classe Cr-Mo com outras grandes famílias de ligas de engenharia. Essas comparações devem ser feitas levando em consideração seus concorrentes diretos, os aços austeníticos. Outro ponto a se considerar é que os aços Cr-Mo são vantajosos apenas em algumas condições muito específicas de operação.

A figura 1 ressalta a excelente resistência à fluência dos aços Cr-Mo. A resistência à corrosão ainda pode limitar sua aplicação como mostra a figura 2, contudo aquelas composições com maior teor de cromo exibem resistência semelhante aos aços inoxidáveis. Outro importante fator a favor da aplicação dos aços Cr-Mo é o seu custo notavelmente inferior aos aços inoxidáveis.

Em grande parte suas propriedades são o resultado da adição criteriosa de elementos de liga e dos tratamentos térmicos pelos quais passam esses aços. Atualmente por questões econômicas estes aços são frequentemente aplicados na condição normalizado e revenido, no entanto quando aplicados em tubulações petrolíferas é normal o uso de tempera e revenido.



Figura 1 - Tensão até a ruptura em 100 h para várias ligas, em destaque a faixa dos aços 1% cromo. Adaptado de [6]



Resistência à fluência, temperatura para uma tensão de ruptura de 138 MPa em 10.000 h, em °C

Figura 2 - Tensão Resistências à oxidação e à fluência para vários tipos de ligas. Adaptado de [6].

As composições mais recentes apresentam teores mais elevados de cromo, acima de 5%, que por sua vez favorecem a transformação martensítica, logo a microestrutura

típica destes aços é de martensita pura ou martensita - ferrita- δ [5], contudo, independente da microestrutura presente nos aços Cr-Mo, podemos considerá-las como sendo metaestáveis, uma vez que para tratamentos térmicos de tempera e revenimento observa-se a presença de precipitado ao longo dos contornos de grão e das ripas de martensita [5].

2.1.2 Elementos de liga

Os elementos de liga são responsáveis pelo endurecimento ou pela estabilização dos mecanismos de endurecimento do aço Cr-Mo.

Quando se trata de propriedades mecânicas a formação e distribuição dos carbetos devem sempre ser consideradas. Por consequência o teor de **carbono** exercerá papel fundamental ao controlar o endurecimento por precipitação e, como elemento austenitizante, reduzir a temperatura de austenitização do material. A temperatura ambiente o carbono também promove aumento na resistência mecânica e o endurecimento dos aços, no entanto pode prejudicar sua soldabilidade e sua resistência ao impacto.

Como um dos principais elementos de liga dessa classe de aços com teores variando entre 0,5% até 12%, o **cromo** sinaliza o quanto é complexo seu papel nas propriedades mecânicas destes materiais. No entanto sua principal função não é diferente daquela esperada na maioria das ligas que o contém, a resistência à oxidação e a corrosão. Neste caso teores mais elevados melhoram essa propriedade, mas em contrapartida promove a formação prematura de fases deletérias à resistência mecânica destes aços quando expostos a altas temperaturas. Também exerce papel endurecedor nestes aços por ser um excelente formador de carbetos [5].

O **molibdênio** é um elemento ferritizante e promove um expressivo aumento da resistência através do endurecimento por solução sólida e pela precipitação de Mo_2C . No entanto, teores de molibdênio acima de 0,35% causam uma considerável perda de ductilidade e precipitação do carbono como grafita em aços carbono. Adições de cromo não só inibem o efeito grafitizante do molibdênio, mas também evitam a perda de ductilidade [7].

2.1.3 Tratamentos térmicos e a evolução microestrutural

Os aços Cr-Mo podem apresentar várias microestruturas em função da composição química e dos tratamentos térmicos aplicados, sendo mais relevantes e comercialmente encontradas as do tipo ferrita-bainita e martensita revenida. Mais além e não diferente de outros materiais, as propriedades mecânicas dos aços Cr-Mo serão sensivelmente alteradas em função da tensão e das temperaturas aplicadas ao longo da vida [5].

O papel do revenimento nestes aços vai mais além do que somente aliviar as tensões provocadas pela transformação martensítica. A temperatura e o tempo de tratamento terão efeitos significativos sobre a estabilidade da microestrutura e também sobre a cinética de precipitação. Temperaturas mais baixas de revenimento tendem a manter baixa a densidade de discordâncias favorecendo a recuperação e a recristalização da martensita revenida, e a precipitação de pequenos precipitados que mesmo para baixas temperaturas de revenido apresentam-se dispersos nos contornos de grão e contornos das ripas de martensita [5].

A figura 3 traz um desenho esquemático das microestruturas encontradas nos aços ferríticos, quanto a distribuição e da morfologia destes precipitados que, serão preferencialmente encontrados nos contornos de grão da austenita prévia e entre as ripas da martensita nas composições mais modernas do tipo 9-12%Cr [8].



Figura 3 - Desenho esquemático das microestruturas e da distribuição dos carbetos para aços ferríticos contendo cromo e molibdênio. Adaptado de [8]

Precipitados dos tipos M_2X , M_7C_3 , $M_{23}C_6$, como os vistos na figura 3, são relatados nas várias composições dos aços Cr-Mo e possuem diferenças significativas em suas composições químicas, morfologias e na distribuição. Algumas dessas características intrínsecas relacionadas a estes precipitados serão mais discutidas a seguir.

Precipitados do tipo M_2X são ricos em Cr e Mo e podem preceder a formação de outros precipitados ricos em Cr e Mo, como o M_6C e o $M_{23}C_6$, conforme se pode ver na figura 3. Devido a sua estequiometria e instabilidade ele pode ser considerado como o principal causador da perda de resistência por solução sólida produzida pelo molibdênio nos aços Cr-Mo [5].

Assim como os precipitados do tipo M_2X os precipitados M_7C_3 precipitam tanto nos contornos de grão da austenita prévia quanto nos contornos de ripa da martensita apresentando uma forma globular e quando presente na matriz precipita com forma acicular e são ricos em ferro e cromo [5].

Formados durante o revenimento ou pela dissolução de outros precipitados, o $M_{23}C_6$ pode ser considerado como predominante para todas as composições dos aços da família Cr-Mo. Sua precipitação ocorre preferencialmente ao longo dos contornos de grão da austenita prévia independente dos tratamentos térmicos posteriores ou após longo tempo de exposição a altas temperaturas [5].

2.2 Os tubos OCTG e o processo de fabricação de tubos soldados por ERW/HFIW

Tubos são condutos fechados, destinados principalmente ao transporte de fluidos [6] e podem ser fabricados por uma grande variedade de materiais metálicos, ferrosos ou não ferrosos: os ferrosos podem ser, por exemplo, de aço-carbono ou aço-liga, enquanto os não ferrosos podem ser, por exemplo, de cobre ou alumínio. Tubos não metálicos podem ser fabricados de materiais plásticos, cimento-amianto, concreto armado, vidro, elastômeros, barro vidrado ou cerâmico.

Os tubos OCTG do tipo casing podem ser fabricados de duas formas: com solda ou sem solda. A fabricação de tubos sem solda pode ser realizada por laminação, extrusão ou fundição, sendo o processo de laminação de maior importância na fabricação dos mesmos, podendo ser utilizado na fabricação de tubos de aços carbono, aço liga e aços inoxidáveis, desde cerca de 80 a 650 mm de diâmetro [9]. Os tubos com solda são também conhecidos como tubos com costura e podem ser soldados de forma longitudinal ou helicoidal. A soldagem é sempre realizada automaticamente e pode ser feita por diversos processos de soldagem, dentre eles o arco submerso e resistência sem adição de metal (ERW).

No presente trabalho estamos estudando a fabricação de tubos OCTG com solda, realizado pelo processo de soldagem por resistência a alta frequência (ERW/HFIW). Na década de 50 os tubos fabricados pelo processo de resistência a alta frequência ERW/HFRW utilizavam frequência na ordem de 150 Hz e a mesma não era induzida ocorria devido ao contato, para aquecimento das bordas por efeito *Joule*, o processo evoluiu e a frequência de indução de corrente para soldagem aumentou e atualmente conseguem-se frequências de 200 a 600 kHz e a mesma ocorre por indução, sem a necessidade de contato elétrico, de forma que atualmente o processo é conhecido como soldagem por indução de alta frequência (ERW/HI ou ERW/HFIW) [2].

Para atendimento à norma API 5CT/ISO11960, desenvolveu-se um fluxo de produção conforme a figura 4, para a fabricação de tubos soldados por ERW/HFIW Resumidamente o processo de fabricação do tubo em estudo é realizado da seguinte forma: a bobina fornecida pela siderúrgica é recepcionada, inspecionada, desbobinada e seccionada, na largura especifica, determinada pelo diâmetro do tubo que se deseja obter. As tiras de aço são direcionadas aos conformadores que lhes darão a forma de um tubo; na sequência o tubo é soldado pelo processo de soldagem de alta frequência, a qual é rebarbada e inspecionada (inspeção ultrassônica), podendo ser ou não normalizada. É realizada uma amostragem e alguns tubos deste lote passam por ensaios mecânicos como achatamento, dureza e tração, sendo os demais numerados de forma a garantir total rastreabilidade. Após estas etapas os tubos passam por uma operação de recalque da extremidade, de forma a garantir maior espessura na região onde será rosqueado, seguindo para o processo de tempera e revenido, onde o aquecimento ocorre em fornos de indução. A etapa de tratamento térmico é essencial para garantir as propriedades desejadas para cada grau. Após o tratamento térmico os tubos passam por

novos testes, são rosqueados, inspecionados, protegidos e estão prontos para serem envernizados, pesados e despachados.



Figura 4 - Fluxograma da linha de produção de tubos OCTG (tubing EUE API 5CT) Adaptado de [7].

As etapas de soldagem e tratamento térmico do fluxo de produção dos tubos representada acima serão principais etapas estudadas neste trabalho. Neste sentido a figura 5 representa esquematicamente o processo de soldagem ERW/HFIW que se resume em induzir por alta frequência uma corrente elétrica, que aquece às bordas de um esboço tubular, até a formação completa do "V" físico, formado durante a conformação da tira do material, de modo a aquecê-las até à temperatura desejada e pressioná-las através de rolos, de forma a soldá-las, sem adição de nenhum outro metal[8]. O aquecimento das bordas ocorre devido à indução de campos magnéticos em alta frequência que juntamente com a utilização de um ferrite é capaz de induzir uma alta corrente às bordas do esboço tubular. A aplicação de pressão entre as faces a serem unidas permite a obtenção de soldas com baixo nível de contaminação, devido a expulsão da região contaminada para fora da junta soldada e é este material expulso que forma o chamado reforço da solda.



Figura 5 - Representação do mecanismo de soldagem HFIW a partir de bobinas de indução. Cortesia da Apolo Tubulares.

Durante o processo de soldagem há a formação de um "V" físico e um "V" térmico. A figura 6 demonstra esquematicamente que o "V" físico é aquele formado devido à conformação da tira de material (região azul) e o "V" térmico é aquele formado na borda da tira do material devido ao efeito de pele (região amarela).



Figura 6 - Representação esquemática de V físico e V térmico, adaptado da cortesia da Apolo Tubulares.

A figura 7 representa esquematicamente como o uso da alta frequência exerce influencia nos parâmetros de soldagem, tais como a forma da superfície a ser unida, velocidade de soldagem e intensidade do aperto, através de dois efeitos. Um dos efeitos é chamado efeito de pele, ou seja, quanto maior a frequência menor a penetração da corrente elétrica em um condutor; o outro é chamado efeito da proximidade, ou seja, a corrente elétrica que passa por um condutor cria um campo magnético radial, que se inicia na superfície do condutor e se estende para o infinito, decrescendo de intensidade na razão inversa do quadrado da distância. Se o condutor é dobrado sobre si mesmo, um campo magnético reage com o outro, exercendo uma força de repulsão sobre os mesmos. Se os condutores são mantidos próximos, os campos magnéticos são deformados, comprimindo as linhas do campo entre os condutores, o que provoca a concentração da corrente elétrica nas superfícies justapostas dos condutores, daí o "efeito de proximidade" [11]. Assim, a união de ambos os efeitos aumenta a eficiência da soldagem por resistência elétrica através da concentração da corrente elétrica nas superfícies que realmente necessitam ser aquecidas.



Figura 7 - Representação esquemática do efeito de pele e de borda devido ao uso da alta frequência na soldagem ERW. Adaptado de cortesia da Apolo Tubulares.

A soldagem ERW/HFIW produz uma solda com as seguintes características: zona termo mecanicamente afetada (ZTMA) de perfil chamado ampulheta, devido ao seu formato; reforço da soldagem formado pela expulsão de óxidos e material, que deve ser removido após a soldagem; e linha de solda também conhecida como linha de descarbonetação, devido à perda de carbono que ocorre durante o processo de soldagem. A remoção dos excedentes internos e externos da solda se realiza através de ferramentas de corte e no processo em estudo ele ocorre simultaneamente após a soldagem. Este processo de soldagem ocorre de maneira rápida, de tal forma que o aquecimento se dá em 0,5 segundos e o resfriamento em 1,5 segundos para uma velocidade de laminação de 30 metros por minuto e frequência de 400 kHz.



Figura 8 - Imagem de corte transversal à solda, onde se observa a zona termo mecanicamente afetada, reforço da soldagem e linha de solda.

Após o processo de soldagem a região soldada apresenta uma microestrutura heterogênea, podendo se observar a zona termo mecanicamente afetada. Depois do processo de tratamento térmico de tempera e revenimento, a região soldada apresenta microestrutura homogênea, sendo identificada apenas por microscopia ótica, conforme figura 9.

A figura 10 representa esquematicamente os movimentos de deformação e aquecimento que o material sofre para que ocorra a soldagem das duas faces, considerando que a face já se encontra totalmente aquecida.



Figura 9- Imagem representativa da macrografia e micrografia da soldagem ERW/HFIW


Figura 10 - Representação esquemática dos movimentos de deformação que ocorrem durante a soldagem. -

2.3 Características da microestrutura formada por Martensita Revenida

Para a classe de material do presente trabalho, sabe-se que a corrosão depende, principalmente, da microestrutura do aço e da sua resistência. Materiais com grão de austenita refinado e martensita revenida (>95%) apresentam melhor desempenho.

A martensita é uma fase metaestável que aparece com o resfriamento brusco da austenita, a transformação ocorre por cisalhamento da estrutura, sem difusão. A martensita é uma solução sólida supersaturada de carbono em ferro, tetragonal de corpo centrado (TCC), uma forma distorcida do ferro cúbico de corpo centrado (CCC) [12].

Devido à deformação associada à sua formação, a martensita é um constituinte bastante duro, e essa dureza aumenta com a elevação do teor de carbono do aço. Entretanto, com o aumento do teor de carbono, nem toda austenita é transformada em martensita durante o resfriamento brusco (têmpera) do aço até a temperatura ambiente e isto faz que a dureza após a tempera cresça mais lentamente em aços com mais de 0,6% de carbono, no qual o aumento do teor da austenita retida é mais significativo [12].

O revenido é o tratamento térmico que acompanha a têmpera, pois elimina a maioria dos inconvenientes produzidos por esta. O revenimento alivia ou remove as tensões internas, corrige as excessivas dureza e fragilidade do material, aumentando sua ductilidade e resistência ao choque [13].

As mudanças durante o revenimento da martensita em aços ao carbono podem ser classificadas em três diferentes estágios. São eles:

Estágio 1- entre 100 e 250°C quando ocorre a formação de carbonetos de transição e redução dos teores de carbono da martensita para aproximadamente 0,25% [14].

Num primeiro momento o excesso de átomos de carbono em solução sólida segrega para os defeitos ou forma arranjos ordenados dentro da solução sólida. A seguir ocorre a precipitação, ou como cementita em aços baixo carbono ou como carboneto de ferro de transição em ligas de alto carbono. A concentração de carbono que permanece em solução sólida pode ser bastante grande se o precipitado é um carboneto de transição [14].

Estágio 2 - entre 200 e 300°C quando ocorre a transformação de austenita retida em ferrita e cementita [14];

Revenimento adicional leva ao segundo estágio, no qual quase todo o excesso de carbono é precipitado, e todos os carbonetos são convertidos em cementita mais estável. Toda austenita retida irá se decompor durante este estágio [14].

Estágio 3 - entre 250 e 350°C quando ocorre a troca de carbonetos de transição e martensita por ferrita e cementita [14].

2.4 Influência da taxa de aquecimento na transformação austenítica

Judd *et al.* (1968) estudou a influência da taxa de aquecimento nas temperaturas de transformação de fase: Ac1, Afi (temperatura de fim da transformação da perlita em austenita e inicio da transformação da ferrita em austenitica) e Ac3; de um aço contendo (% em massa) de 0,15%C, 1,42%Mn, 0,37%Si, 0,052Al, 0,031Nb, 0,023P, 0,009S. O estudo demonstra que as temperaturas de transformação de fase aumentam com o aumento da taxa de aquecimento. Desta forma, a temperatura necessária para alcançar certo estagio de austenitização deve ser maior para taxas de aquecimento maiores. Este fato está relacionado com a força motriz termodinâmica para que ocorra a transformação difusional no aquecimento continuo. Para taxas de aquecimento altas, o tempo necessário para iniciar a transformação difusional da perlita em austenita diminui e isto provoca o aumento da força motriz termodinâmica para o inicio da transformação, o que gera um superaquecimento no material, ou seja, aumenta as temperaturas criticas Ac1 e Ac3 [15]. Normalmente, nas transformações de fase as taxas de nucleação e crescimento são controladas pela difusão do carbono que, por sua vez, são afetadas pela taxa de aquecimento [16] [17].

Outra influencia da taxa de aquecimento e sobre a fração volumétrica da austenita formada. O aumento da taxa de aquecimento provoca uma redução da fração volumétrica da austenita, considerando o mesmo intervalo de temperatura DT = (T - Afi) após a dissolução da perlita. A explicação deste fato pode estar relacionada com o tempo de difusão do carbono na fase ser maior para taxas de aquecimento menores, isto faz com que a quantidade de austenita formada seja superior na taxa de aquecimento de 0,1 °C/s do que na de 1,0 °C/s, figura 8 [15].



Figura 11 - Fração volumétrica de austenita formada em função da temperatura, para as taxas de aquecimento 0,1 e 1,0 °C/s (adaptado)[13].

2.5 Ensaios de tração com baixa taxa de deformação (BTD) – [NACE TM0198]

A susceptibilidade a corrosão por sulfetos (SSCC) é estimada utilizando ensaios normatizados. Para analise da susceptibilidade a corrosão em tubos do tipo OCTG a norma API 5CT/ISO11960 solicita a realização do ensaio de acordo com o National Association de Corrosion Engineers (NACE TM-0177) [18]. O teste de baixa taxa de deformação (BTD) (NACE TM0198), desenvolvida inicialmente por Parkins *et al.(1966)* [19], é utilizado para avaliar os efeitos de um ambiente corrosivo sobre o comportamento mecânico dos materiais, no presente trabalho iremos utilizar o ensaio de tração em baixa taxa de deformação na analise da susceptibilidade a corrosão do material em estudo.

A técnica de BTD desenvolvida por Parkins *et al.* (1966) [19] é utilizada para determinar a susceptibilidade à corrosão por sulfetos e à fragilização pelo hidrogênio de metais, através de um teste de tração realizado a uma taxa de deformação constante até a ruptura. A avaliação da susceptibilidade do material à corrosão por sulfetos e à

fragilização pelo hidrogênio é feita pela comparação da ductilidade do material ensaiado ao ar e no meio agressivo, a partir de dados como tempo de ruptura e redução de área [4].

A grande vantagem dos ensaios BTD é permitir que o efeito sinérgico do meio agressivo associado às tensões mecânicas se manifeste sobre o material ensaiado em uma taxa de deformação adequada. Se esta for muito alta, a influência do meio será nula, sendo a ruptura do corpo de prova devido apenas a fatores mecânicos [4].

Contreras *et al.* (2005) [18] estudaram a suscetibilidade à corrosão sob tensão (SCC) em uma solução NACE saturado com H2S, dos aços X-52 e X-70 usando testes de BTD. As superfícies de fratura foram observadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) e análise química foram obtidos utilizando energia dispersiva de raios-X (EDS). As amostras ensaiadas ao ar apresentaram uma fratura de aspecto dúctil e as amostras ensaiadas em solução apresentaram uma fratura de aspecto frágil, e apresentaram alta suscetibilidade a corrosão.

Souza (2012) [4] estudou o efeito da utilização de sequestrantes de H₂S sobre o comportamento mecânico de um aço L-80 1% Cr em meios corrosivos contendo H₂S, utilizando o ensaio tração com baixa taxa de deformação (BTD) realizada ao ar e em solução de tiossulfato 1,0 x 10^{-3} mol/L, obtendo reprodutibilidade que permitiram avaliar além do comportamento mecânico, o efeito da utilização de sequestrantes de H₂S sobre a resistência mecânica do material em estudo.

O mecanismo de SCC aumenta com a diminuição do pH, aumento da temperatura e/ou presença de H_2S . Além disso, um aumento nas concentrações de cromo e molibdênio também pode melhorar a resistência à SCC [20].

CAPÍTULO 3

3 Materiais e métodos

3.1 Materiais

No desenvolvimento deste trabalho foram utilizadas como matéria prima, bobinas laminadas de 1.330 mm de largura e 1.530 mm de diâmetro externo, contendo em torno de 1%Cr e 0,2%Mo. O processo de fabricação dos tubos foi realizado pela empresa Apolo Tubulars e contemplaram as etapas de corte, conformação, soldagem, tempera e revenimento, para tubos com diâmetro externo de $2\frac{7}{8}$ " e espessura nominal de 5,5 mm.

A tabela 1 traz o resultado da composição química realizada de acordo com a norma ASTM A 751 – 07a (Standard Test Methods, Practices and Terminology for Chemical Analysis of Steel Products) [21], utilizando um espectrômetro de emissão ótica, modelo Spectro Maxx/2007, com capacidade de identificação de até 26 elementos químicos, sendo o resultado gerado via software Spark Analyzer MX.

COMPOSIÇÃO QUÍMICA							
С	Mn	Mo	Cr	Р	S	Si	
0,22	0,51	0,196	0,987	0,015	0,0033	0,201	

Tabela 1- Composição Química do aço em estudo (%em peso)

A composição química do aço ARBL em estudo é marcada pelo "baixo" teor de carbono, de forma a melhorar a soldabilidade sem prejudicar a resistência mecânica e permitir uma transformação majoritariamente martensítica após tempera e revenimento. É marcada também pela presença de um teor de cromo próximo a 1%, que além de melhorar a resistência à corrosão, exerce papel endurecedor por ser um excelente formador de carbetos, que juntamente com o molibdênio possibilita, após o processo de revenimento, a formação de precipitados com morfologia acicular e fina dispersão, elevando a tensão de ruptura do material.

A microestrutura da bobina laminada recebida da usina é apresentada na figura 12, e será utilizada para posterior processamento de conformação, soldagem e tratamento térmico. Destaca-se a presença de grãos de ferrita- α e grãos de perlita, constituídos por finas laminas de ferrita- α e cementita, também conhecido como carboneto de ferro (Fe₃C), microestrutura típica de um aço hipoeutetóide. Através da regra da alavanca podemos estimar que o aço em estudo tivesse aproximadamente 71% de ferrita- α e 29% de perlita, uma vez que seu teor de carbono é 0,22%.



Figura 12 - Micrografia por microscopia de luz visível do material em estudo antes do processamento industrial, em (A) grão de Ferrita-α e (B) grão de perlita, aumento de 1000x. Ataque nital 2%.

3.2 Procedimento de Soldagem

O procedimento de soldagem foi realizado de acordo com o fluxo de fabricação elaborado para atendimento aos requisitos da norma API 5CT/ISO11960 representada na revisão bibliografia pela figura 4. A velocidade de soldagem foi de 0,5 m/s, a frequência da corrente induzida foi de 400 kHz utilizando o equipamento do tipo EMMEDI modelo KU600 sendo realizada pela empresa APOLO TUBULARS.

Foram executados alguns testes até que se conseguissem os parâmetros: frequência da corrente induzida, velocidade e pressão aplicada, que possibilitassem a correta união das bordas. Nos primeiros testes observou-se a presença de defeitos como inclusão de óxidos e falta de fusão, mas utilizando-se a avaliação do efeito de pele, que consiste em avaliar a forma do "V" térmico, foi possível ajustar os parâmetros e conseguir uma soldagem uniforme sem a presença de defeitos que possibilitou a avaliação da mesma após tempera e revenimento. Estes parâmetros não serão detalhados no presente trabalho, uma vez que o objetivo foi estudar o comportamento do material e da junta soldada após tempera e revenimento.

3.3 Tratamentos térmicos

Nesta etapa foram feitos tratamentos térmicos nas amostras soldadas nas condições industriais e laboratoriais, de forma a se obter resultados comparativos e a curva de revenido do material em estudo. A figura 13 representa esquematicamente as transformações de fases que serão processadas neste estudo, sendo elas: a austenitização, a transformação martensítica e o revenimento da martensita.



Figura 13 - Temperatura x Tempo representativa da sequência de transformação esquemática durante tratamento térmico da amostra austenitizada a 890°C e revenida a 680°C.

As temperaturas de austenitização foram determinadas após obter o diagrama ferro-carbono utilizando a composição química no software SteCalc 3.0. Este software utiliza a termodinâmica computacional para prever as propriedades obtidas a partir de tratamento térmico de aços. Utilizam nos cálculos, as rotinas de tratamento térmicos mais eficazes e precisos disponíveis, podendo ser usado para prever os dados de tratamento térmico, tais como a temperatura crítica inferior, o ponto crítico de aquecimento, a temperatura de recozimento mais elevada possível e a temperatura de austenitização. É usado para gerar diagramas de transformação de fase, CCT e TTT. Segue abaixo diagrama de transformação do material em estudo representando as temperaturas de austenitização utilizadas.



Figura 14 - Diagrama de transformação do aço ARBL contendo 1%Cr e 0,2%Mo, gerado utilizando o software SteCalc 3.0.

Na condição laboratorial, foram realizados tratamentos térmicos de tempera e revenimento nas seguintes condições: Rota 1 - austenitizado a 890°C por 15 minutos e revenido a 700°C por 30 minutos e a rota 2 - austenitizado a 1000°C por 15 minutos e revenido a 700°C por 30 minutos.



Figura 15 - Rota 1 proposta para tratamento térmico das amostras tratadas termicamente em condições laboratoriais.



Figura 16 - Rota 2 proposta para tratamento térmico das amostras tratadas termicamente em condições laboratoriais.

Na condição laboratorial, foram ainda realizados tratamentos térmicos de austenitização a 890°C por 15 minutos e revenimentos a 300°C, 400°C, 500°C, 550°C,

600°C, 650°C e 700°C, por 30 minutos, a fim de se definir a curva de revenido do material em estudo.

Na condição industrial, foram realizados tratamentos térmicos de tempera e revenimento nas seguintes condições: Rota 1 - austenitizado a 890°C por 1 minuto e revenido a 670°C por 6 minutos e a rota 2 - austenitizado a 1000°C por 1 minuto e revenido a 670°C por 6 minutos.



Figura 17 - Rota 1 proposta para tratamento térmico das amostras tratadas termicamente em condições industriais.



Figura 18 - Rota 2 proposta para tratamento térmico das amostras tratadas termicamente em condições industriais.

O tratamento térmico realizado nas condições laboratoriais foi efetuado em forno do tipo Mufla nas dependências da Universidade Federal Fluminense, já os tratamentos térmicos nas condições industriais foram realizados em forno de indução, nas dependências da empresa APOLO TUBULARS. O forno de indução utilizado neste processo consiste em fornos acoplados a uma linha de alimentação de tubos, que faz com que os tubos entrem no processo de forma continua e durante a sua passagem neste sistema ele é aquecido de forma gradual, sendo controladas a temperatura e a velocidade. O resfriamento pós austenitização é realizado por jatos de água a uma pressão de 30 psi e a velocidade com que os tubos passam pelo tratamento térmico é de 8 m/min, com uma taxa de resfriamento igual a aproximadamente 84°C/s.



Figura 19 - Imagem dos fornos de indução e jatos de água utilizados no processo de resfriamento durante tempera.

3.4 Caracterização Microestrutural

3.4.1 Preparação de amostras para metalografia

Nas diversas etapas deste trabalho foram utilizadas amostras para caracterização microestrutural e analise quantitativa do tamanho de grão da austenita prévia. Estas amostras foram preparadas utilizando técnicas de lixamento e polimento convencionais, podendo ou não ser embutidas para facilitar o processo. As amostras que foram caracterizadas em microscópio eletrônico de varredura passaram também por um processo de limpeza ultrassônica por 20 minutos em acetona.

O reagente Nital 2% foi preparado utilizando 2 mL de HNO₃ (ácido nítrico) e 98 mL de álcool etílico, este reagente ataca os contornos de grão dos aços tendo sido

utilizado para revelar a microestrutura dos aços antes e após a soldagem, após tempera e após revenimento.

O reagente para analise do tamanho de grão da austenita prévia foi preparado utilizando 4 (quatro) gramas de ácido pícrico, 4 (quatro) gramas de cloreto férrico e 200(duzentos) mL de água destilada. Foram obtidos melhores resultados atacando previamente com nital 2% à superfície, realizando um breve polimento e finalmente utilizando o reagente descrito para revelar os contornos de grão da austenita prévia. Este ataque deve ser realizado passando-se uma fina camada de detergente neutro sobre a superfície e posteriormente esfregando-se um algodão umedecido em solução, sempre utilizando luvas.

As superfícies de fratura dos ensaios de impacto e tração com baixa taxa de deformação (BTD) foram preservadas passando sobre as mesmas uma camada de esmalte incolor. As amostras de BTD em solução apresentaram oxidação, sendo necessária a realização de uma decapagem em ácido sulfúrico 99% para melhor observação das superfícies de fratura.

3.4.2 Análises Quantitativas

Neste trabalho foram realizadas analises gráficas quantitativas para a determinação do tamanho de grão da austenita prévia do material na condição temperado, de forma a possibilitar a observação da sua influência sobre a formação de martensita, as propriedades mecânicas e químicas do material.

O tamanho médio do grão da austenita prévia foi determinado conforme orienta a norma ASTM E112 [22] por contagem de interceptos. Neste caso foram utilizadas micrografias de 100X, 500X e 1000X para permitir uma melhor definição dos contornos de grão da austenita prévia.

O padrão para a contagem de interceptos utilizado foi o método do intercepto linear (Heyn), onde devem ser desenhadas, sobre a microestrutura, linhas verticais ou horizontais, perpendiculares, chamadas de linhas de teste (Lt). O ponto onde a linha teste corta o contorno de grão é chamado de intercepto cuja contagem deve ser manual; onde as interseções da grade que interceptam o contorno de grão da austenita prévia são tomadas como ½ (meio); aquelas que tangenciam o contorno de grão são tomadas como

1 (um) e aquelas que passam pela união de três grãos são tomadas como 1½ (um e meio) conforme mostra a figura 20. Os valores para cada intercepto visualizado na linha de teste devem ser somados. Para cada imagem deve ser calculada uma média destes valores, que representa o número médio de interceptos para a região observada, que será posteriormente, relacionado com o tamanho médio dos grãos.



Figura 20 - Representação esquemática do padrão de contagem de interceptos utilizada.

A média (M) é tirada como somatório do número de interceptos encontrados na micrografia (p) sobre o número de campos (n) conforme mostra a equação 1.

$$M = \frac{\sum p_i}{n}$$

(Equação 1)

O desvio padrão (s) é dado pela equação 2.

$$s = \left[\frac{\sum (p_i - M)^2}{n - 1}\right]^{\frac{1}{2}}$$

(Equação 2)

O intervalo de confiança (CI) é dado pela equação 3, onde t é um valor tabelado em função do número de campos.

$$95\%CI = \frac{t \times s}{\sqrt{n}}$$

(Equação 3)

Por fim a precisão relativa (% RA) é dada pela equação 4.

$$\% RA = \frac{95\% CI}{M} \times 100$$

(Equação 4)

A precisão relativa (%RA) calculada é considerada aceitável pela norma supracitada quando for igual ou menor que 10% RA. Neste caso foram realizadas 16 números de campos, estimando uma precisão relativa de aproximadamente 6,0%, ou seja, utilizamos quatro imagens de regiões diferentes da mesma amostra, cada uma contendo quatro linhas de teste, conforme figura 20, obtendo assim uma precisão relativa aceitável.

Após a contagem do número de interceptos, da média e da precisão relativa é necessário a determinação do diâmetro médio de grão. Para isso precisa-se calcular a ampliação (A), conhecendo o valor real em milímetros da escala na foto revelada (E), e valor em micrometros da escala do microscópio (e), utilizando a equação 5.

$$A = \frac{E \ (mm)}{e \ (\mu m)x \ 10^{-3}}$$

(Equação 5)

Conhecendo o valor real em milímetros do comprimento da linha de teste (Lt) utilizada, podemos calcular o diâmetro médio de grão (d), utilizando a equação 6.

$$d = \frac{L_t}{M \times A}$$

(Equação 6)

Conhecendo o valor do diâmetro médio de grão (d) em milímetros e utilizando a tabela 4 da norma ASTM E112 [22], coluna número 8, determinados o tamanho de grão ASTM (G) das amostras. O valor encontrado pode estar entre dois valores de tamanho de grão da tabela, neste caso basta utilizar a técnica matemática de interpolação para determinar o valor aproximado do tamanho de grão.

3.5 Caracterização Mecânica

A determinação das propriedades mecânicas de um material metálico é realizada por meio de diversos ensaios, tais como: Dureza, dobramento, flexão, torção, fadiga, compressão, tração, impacto e outros. Estes ensaios são realizados pela aplicação, em um material, de um dos tipos de esforços possíveis (tração, compressão, flexão, torção, cisalhamento e pressão interna) a fim de determinar a resistência do material a cada um desses esforços [23]. No presente trabalho os ensaios mecânicos foram realizados de acordo com a solicitação da norma API 5CT/ISO11960 [3], esta norma também foi usada com o intuito de identificar em qual grau de aço o material estudado poderia ser classificado, obter classificação similar ou aproximada.

A figura 21 representa esquematicamente a posição onde foram retirados os corpos de prova para realização dos ensaios mecânicos. Para cada temperatura de austenitização foram utilizados dez tubos, onde cinco foram seccionados para analises na condição temperado e cinco foram seccionados para analises na condição revenida.



Figura 21 - Representação esquemática da localização das posições de onde foram retirados os corpos de prova para realização dos ensaios mecânicos das amostras processadas na condição industrial. Adaptado de [2].

3.5.1 Ensaio de Tração

Ensaios de tração uniaxial à temperatura ambiente foram executados com o objetivo de caracterizar mecanicamente o material e junta soldada após o tratamento térmico de tempera e revenimento. Foram realizados também ensaios de tração nas amostras tratadas termicamente na condição laboratorial com intuito de avaliar o comportamento mecânico sob tração das amostras austenitizadas a 890°C e 1000°C revenidas a 500°C, 550°C, 600°C, 650°C e 700°C.

Os ensaios foram realizados na máquina servo-hidráulica, modelo Kratos com capacidade de carga de até 100t do Laboratório de Propriedades Mecânicas da empresa Apolo Tubulars de acordo com a norma ASTM A 370 – 11: Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products [24].com dimensões dos corpos de prova retirados da posição longitudinal conforme indicado na figura 22.



Figura 22 - Desenho do corpo de prova utilizado nos ensaios de tração baseado na norma ASTM A370 - 11.

Os corpos de prova utilizados para os ensaios de tração retirados na posição transversal à solda foram confeccionados de acordo com as dimensões solicitadas pela norma ASME IX de 2013 (Qualification Standard for Welding, Brazing, and Fusing Procedures; Welders; Brazers; and Welding, Brazing, and Fusing Operators) [25]. Esta norma foi utilizada para qualificar o procedimento de soldagem utilizado, uma vez que a norma API5CT/ISO11960 não especifica ensaios para este fim. No entanto, devido ao reduzido tamanho do tubo soldado, foi necessário utilizar um artifício para confecção do corpo de prova e analise dos resultados. Este artifício consiste em soldar à área útil do corpo de prova uma extensão, para considerar o ensaio representativo é necessário que a fratura ocorra na soldagem de fabricação, indicando a fragilidade da solda, no metal de base, indicando que a soldagem foi efetiva, ou ZTMA, indicando que a mesma foi

responsável pela fragilização da solda. O ensaio não será representativo se a fratura ocorrer na soldagem utilizada para estender o corpo de prova, já que a mesma deve ser mais resistente que o conjunto.

3.5.2 Ensaio de Impacto

Ensaios de impacto foram executados com o objetivo de caracterizar mecanicamente o material e junta soldada após o tratamento térmico de tempera e revenimento. Foram realizados ensaios na posição longitudinal das amostras tratadas termicamente na condição laboratorial na temperatura de 0°C, com intuito de avaliar o comportamento mecânico ao impacto das amostras austenitizadas a 890°C e 1000°C revenidas a 500°C, 550°C, 600°C, 650°C e 700°C e possibilitar o levantamento da curva de revenido do material em estudo, não sendo levada em consideração nesta situação a região soldada, uma vez que o objetivo era conhecer o comportamento do material estudado. Foram realizados também ensaios nas amostras tratadas termicamente na condição industrial nas temperaturas de -50°C, -20°C, 0°C e 25°C com intuito de avaliar o comportamento mecânico ao impacto e levantar a curva de transição dúctil-frágil das amostras austenitizadas a 890°C e 1000°C realizados no metal de base na posição longitudinal e na linha de solda na posição transversal.

Os ensaios foram realizados em equipamento da marca PANTEC modelo PAN300J do Laboratório de Propriedades Mecânicas da empresa Apolo Tubulars de acordo com a norma ASTM A 370 - 11: Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products [23] os corpos de prova utilizados foram do tipo sub-size com dimensões de 10,0 x 3,3 x 55,0 mm, com profundidade do entalhe de 2 mm.

3.5.3 Ensaio de Dureza

Os ensaios de dureza foram realizados com objetivo de auxiliar a caracterização mecânica do material após tempera e revenimento. Foram executados ensaios *Rockwell C*, onde ocorre a impressão de uma carga de 150 kN aplicada durante o período de 6

segundos, utilizando durômetro da marca PANTEC Rockwell de modelo RANS RS 2004.

Para as amostras austenitizadas na condição industrial, os corpos de prova foram preparados e ensaiados conforme a norma ASTM A 370 – 11: *Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products* [24], conforme solicitado pela norma API 5CT [3]. Foram retirados anéis de 50 mm de largura dos tubos na condição temperada e na condição revenida. Para cada anel foi realizado um total de doze endentações, sendo três em cada quadrante do tubo, onde a região soldada está no primeiro quadrante, conforme figura 23. Os resultados de dureza devem estar dentro do solicitado pela norma e o primeiro quadrante deve apresentar dureza homogenia aos demais quadrantes.



Figura 23 - Representação esquemática da localização das endentações realizadas no ensaio de dureza das amostras na condição industrial. MB corresponde ao metal de base e JS corresponde a região da junta soldada.

Para as amostras austenitizadas na condição laboratorial, utilizaram-se os corpos de prova dos ensaios de impacto, após a fratura, para a realização do ensaio de dureza, tendo sido realizados três endentações em cada uma das seis amostras de impacto utilizadas.

3.5.4 Microdureza

O ensaio de microdureza foi realizado com objetivo de caracterizar mecanicamente a junta soldada. Tendo sido utilizado para este ensaio as amostras utilizadas para caracterização microestrutura da região soldada, na condição como soldada, temperada e revenida, para ambas as temperaturas de austenitização

Foram realizados ensaios de microdureza Vickers com carga de 0,5 kg, aplicadas por 15 segundos, realizados utilizando microdurômetro da marca Zwick/Roell, modelo Indentec ZHµ-MkII-M, sendo realizadas 10 endentações perpendiculares à linha de solda, sendo a terceira endentação referente à dureza da mesma.

3.5.5 Ensaio de Dobramento

O ensaio de dobramento é utilizado em amostras soldadas para a qualificação do procedimento de soldagem sendo um ensaio qualitativo, no entanto é um meio bastante simples e eficaz para detectar problemas metalúrgicos que podem afetar o comportamento dos materiais em serviço. Este ensaio consiste em submeter um corpo de prova a uma deformação plástica por flexão. O corpo de prova, assentado sobre dois apoios afastados a uma distância especificada, é dobrado por intermédio de um cutelo, que aplica um esforço de flexão no centro do corpo, até que seja atingido o ângulo de dobramento especificado.

A severidade do ensaio aumenta com a redução do diâmetro do cutelo; geralmente esse diâmetro é função do diâmetro do corpo de prova ou da espessura dele. Outro parâmetro que determina a severidade do ensaio é o ângulo de dobramento que é geralmente de 90°, 120° ou 180°.

Os parâmetros do ensaio, tais como dimensões do corpo de prova, distância dos apoios, diâmetro do cutelo, ângulo de dobramento e os critérios de aceitação são definidos por normas. Os corpos de prova e critérios para realização dos ensaios foram confeccionados de acordo com as dimensões solicitadas pela norma ASME IX de 2013 (Qualification Standard for Welding, Brazing, and Fusing Procedures; Welders; Brazers; and Welding, Brazing, and Fusing Operators) [25]. Esta norma foi utilizada para qualificar o procedimento de soldagem e a solda, uma vez que a norma API5CT/ISO11960 não especifica ensaios para este fim.

O ensaio de dobramento foi realizado nas amostras austenitizadas a 890°C e 1000°C na condição revenida, sendo quatro ensaios para cada temperatura de austenitização, sendo dois transversais na face da solda e dois transversais à raiz da solda. A tabela 2 demonstra a posição do ensaio (Posição), a largura do corpo de prova (LCP), a distância entre os rolos (DER) necessários para retirada das amostras, diâmetro do cutelo (DC) e ângulo de dobramento (ângulo), utilizados no presente trabalho, de forma a verificar a ductilidade da região soldada após a realização do tratamento térmico.

Tratamento térmico	Posição	LCP	DER	DC	Ângulo
Tempera – 890°C e 1000°C Revenimento – 670°C	Transversal na face da solda	19 mm	36,26 mm	20 mm	180°
Tempera – 890°C e 1000°C Revenimento – 670°C	Transversal na raiz da solda	19 mm	124 mm	110 mm	180°

Tabela 2 - Representação dos dados do ensaio realizado

3.6 Caracterização Química

3.6.1 Ensaio de tração com Baixa Taxa de Deformação (BTD)

O ensaio de tração com baixa taxa de deformação (BTD) foi utilizado no presente trabalho de forma a possibilitar a analise da susceptibilidade à corrosão sob tensão do material em estudo, sendo para isso realizados ensaios que possibilitassem a comparação dos resultados com as analises realizadas por Souza (2012) [4], que estudou o efeito da utilização de sequestrantes de H₂S sobre o comportamento mecânico de um aço L-80 1% Cr em meios corrosivos contendo H₂S, utilizando o ensaio de tração com baixa taxa de deformação (BTD). O aço utilizado no estudo de Souza (2012) foi austenitizado a uma temperatura de 900°C e revenidos a temperatura de 700°C, apresentando uma dureza de 24 HRC.

A metodologia do ensaio BTD foi idêntica ao realizado por Souza (2012) [4], sendo os ensaios realizados em um equipamento de tração, construído na COPPE/UFRJ – PEMM (Figura 24), que apresenta uma grande flexibilidade na escolha da velocidade de tração, com taxa de deformação variando de 5 x 10^{-5} a 2,9 x 10^{-10} e uma carga máxima de 20000 N, para corpos de prova com comprimento útil de 25mm. Os dados de carga e deslocamento foram obtidos através de um sensor de deslocamento do tipo relógio digital, com precisão de 0,01mm e um sistema de aquisição e registro de dados em um computador.



Figura 24 - Máquina de tração BTD utilizada em ensaios realizados ao ar e em solução.

Foram utilizados corpos de prova do tipo cilíndrico que foram usinados seguindo-se os padrões sub-size de dimensões estabelecidos pela norma ASTM-A-370 [24], conforme mostrado na figura 25.



Figura 25 - Aspecto e dimensão dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração BTD.

O ambiente de trabalho que o material em estudo será submetido contém teores de cloreto, CO₂ e H₂S. No entanto, a solução escolhida para a realização do estudo tem elevado teor de H2S, uma vez que o ensaio foi realizado da mesma forma que Souza (2012) [4] e a presença de teores de cloreto ocasionaria uma corrosão severa no material, impossibilitando a percepção do efeito do H2S e consequentemente da ação sequestrante. Outro fator importante na escolha da solução foi o fator segurança, já que a solução de tiossulfato de sódio permite que o H2S seja gerado continuamente durante o ensaio, em baixas concentrações na interface eletrólito/metal (figura 26), sendo assim possível garantir a segurança do ambiente de trabalho. A solução utilizada na realização dos ensaios está representada na tabela 3.

Composto	Concentração
Tiossulfato de sódio	1,0 x 10 ⁻³ mol/L
Ácido acético	0,5 %
Cloreto de sódio	5 %

Tabela 3 - Composição química da solução utilizada nos ensaios de tração BTD.



Figura 26 - Célula utilizada durante ensaio realizado em solução, a seta preta indica a região onde podemos observar a interface eletrólito/metal, o produto desta reação será $3H_2S + HSO_4^- + H^+$.

As amostras utilizadas foram tratadas termicamente na condição industrial, tendo sido austenitizadas a 890°C e 1000°C e ambas as amostras foram revenidas a 680°C, de forma a obter diferentes tamanhos de grãos de austenita prévia, permitindo a observação de sua influência nos resultados avaliados após a realização do ensaio de tração BTD.

Os ensaios foram realizados sob pressão atmosférica e à temperatura ambiente, ao ar e em solução. As análises da estrutura dos corpos de prova após os ensaios e as medidas de redução de área foram feitas com o auxílio de um microscópio eletrônico de varredura MEV utilizando-se um microscópio modelo Quanta 400 da FEI Company. No mesmo microscópio, um detector de Energia Dispersiva de Raios X (EDS) foi empregado para coletar as emissões de Raios X característicos provenientes da interação dos elétrons com o material estudado, fornecendo informações qualitativas dos principais elementos químicos da amostra. As amostras não foram submetidas a nenhum preparo específico, tendo sido apenas lavadas com água destilada, secadas e guardadas em dissecador. Esta parte do estudo teve como objetivo verificar em quais situações o aparecimento de trincas secundárias foi mais evidente e caracterizar aspectos das fraturas.

CAPÍTULO 4

4 Resultados e Discussão

A combinação de composição química e estrutura definem as propriedades e, consequentemente, o desempenho dos aços [26]. A composição química do material em estudo foi determinada de forma a garantir as propriedades mecânicas pós tempera e revenimento pela adição de Mo, sendo o principal mecanismo de endurecimento a presença de martensita após tempera e após revenimento a presença de precipitados finamente dispersos na matriz. Adicionalmente, foi incorporado à liga um percentual de aproximadamente 1%Cr a fim de garantir a resistência à corrosão. A estrutura foi alterada pelos tratamentos térmicos realizados.

Neste capítulo discutem-se os resultados obtidos no desenvolvimento dos ensaios descritos no capítulo de materiais e métodos de tubos soldados pelo processo ERW/HFIW e a caracterização microestrutural e mecânica das amostras tratadas termicamente na condição laboratorial e industrial, sempre que possível relacionando a diferença de tamanho de grão da austenita prévia obtidos, além disso, torna-se imprescindível a correlação dos resultados encontrados com os valores recomendados pela API 5CT/ISO11960.

4.1 A Composição Química

A tabela 4 mostra os tipos de tubos da norma ISO FDIS 11960.2 [3] cujas composições químicas se assemelham ao material em estudo. O teor de Mo do aço investigado é 0,196%, entretanto, encontra-se abaixo da faixa especificada (0,25 a 1,00%) para o grau C110. Os demais teores de elementos químicos encontram-se dentro do especificado. Para o grau P110 apenas é solicitado um controle do percentual de fósforo (P) e enxofre (S).

A composição química do material é próxima à composição química estipulada por norma para os graus L80, C110 e P110, tendo sido determinada de forma a permitir o processo de endurecimento após o tratamento térmico pelo percentual de formação da martensita e sua dureza [27]. Com isso, vislumbrou-se uma composição química que favorecesse a formação de martensita, por meio do carbono a aproximadamente 0,22% em massa e o molibdênio a 0,20% em massa. Para a resistência à corrosão em ambiente com presença de CO_2 delimitou-se o Cr de aproximadamente 1% em massa, desta forma a analise da composição química do material mostra que ele é adequado à proposta inicial.

Composição química, nação do massa (70)											
	С	Mn	N	Ло	(Cr	Ni	Cu	Р	S	Si
	Máx.	Máx.	Min.	Máx.	Min.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.
Material em Estudo	0,22	0,51	0,	196	0,	987	0,015	0,008	0,015	0,0033	0,201
L80 (1)	0,43	1,90	-	-	-	-	0,25	0,35	0,030	0,030	0,45
C110	0,35	1,20	0,25	1,00	0,40	1,50	0,99	-	0,020	0,005	-
P110	-	-	-	-	-	-	-	-	0,030	0,005	-

Composição química, fração de massa (%)

Tabela 4- Composições químicas do material em estudo e dos aços da norma API5CT/ISO11960

4.2 Tratamento térmico

O aumento do tamanho de grão austenítico desloca o inicio da transformação da ferrita e perlita. Este fato está relacionado com a redução da área do contorno de grão austenítico na qual a ferrita preferencialmente se nucleia, diminuindo a taxa de nucleação da mesma [28]. A figura 27 mostra o efeito do tamanho de grão austenítico na fração volumétrica dos microconstituintes ferrita, martensita e bainita (XF, XM e XB, respectivamente) a uma taxa de resfriamento de 5°C/s. Conforme cresce o tamanho de grão austenítico, diminui a fração volumétrica de ferrita e bainita e aumenta a fração de martensita [28].

Desta forma, foram obtidos os diagramas de resfriamento contínuo CCT através do software SteCalc 3.0 utilizando a composição química do material e os tamanhos de grão da austenita prévia reais, obtidos após a realização das temperas propostas, de forma a obter graficamente a microestrutura possivelmente existente nas amostras e correlaciona-las com as imagens de microscopia ótica e eletrônica de varredura obtidas.

O tamanho de grão austenítico afeta a cinética de transformação da martensita pelo seu efeito na temperatura de inicio de formação martensítica. No caso do material em estudo observando os diagramas CCT gerados para os diferentes tamanhos de grão da austenita prévia, o mesmo não influenciou a temperatura de inicio de formação martensítica, porém observando os diagramas CCT, podemos observar uma influencia nas curvas de formação de ferrita, perlita e bainita, quanto maior o tamanho de grão da austenita prévia mais à direita estarão as curvas de formação das fases em questão. Desta forma, espera-se obter para a amostra austenitizada a 1000°C na condição laboratorial uma microestrutura após tempera 100% martensítica, para a amostra austenitizada a 890°C na condição laboratorial espera-se obter uma microestrutura contendo 1% de bainita, além de austenita retida e para as amostras austenitizadas na condição industrial espera-se obter percentuais até 5% de bainita, além de austenita retida.



Figura 27 - Efeito do tamanho de grão austenítico na fração volumétrica das fases: ferrita (XF), martensita (XM) e bainita (XB), adaptado de [28].



Figura 28 - Diagrama CCT do aço ARBL contendo 1%Cr e 0,2%Mo, para um tamanho de grão da austenita prévia de ASTM 6,4, gerado utilizando o SteCalc 3.0. O tamanho de grão da austenita prévia foi obtido com austenitização na condição laboratorial a 890°C, em vermelho ciclo de tratamento térmico e microestrutura esperada,



Figura 29 - Diagrama CCT do aço ARBL contendo 1%Cr e 0,2%Mo, para um tamanho de grão da austenita prévia de ASTM 1 gerado utilizando o SteCalc 3.0. O tamanho de grão da austenita prévia foi obtido com austenitização na condição laboratorial a 1000°C, em vermelho ciclo de tratamento térmico e microestrutura esperada.



Figura 30 - Diagrama CCT do aço ARBL contendo 1%Cr e 0,2%Mo, para um tamanho de grão da austenita prévia de ASTM 8,2 gerado utilizando o SteCalc 3.0. O tamanho de grão da austenita prévia foi obtido com austenitização na condição industrial a 890°C, em vermelho ciclo de tratamento térmico e microestrutura esperada.



Figura 31- Diagrama CCT do aço ARBL contendo 1%Cr e 0,2%Mo, para um tamanho de grão da austenita prévia de ASTM 7,2 gerado utilizando o SteCalc 3.0. O tamanho de grão da austenita prévia foi obtido com austenitização na condição industrial a 1000°C, em vermelho de tratamento térmico e microestrutura esperada.

4.3 Caracterização Microestrutural

4.3.1 Austenita prévia

A austenita só é observável diretamente em microscópios que possam operar a temperatura elevada [26], porém é possível empregar técnicas metalograficas que revelem os contornos de grão da austenita que existe antes do material se transformar. Após o tratamento térmico de tempera foi determinado o tamanho de grão de austenita prévia pelo método do intercepto linear (Heyn), recomendado pela norma ASTM E-112 [22] utilizando técnica de revelação da austenita prévia supracitada em materiais e métodos. Sabe-se que quanto menor o tamanho de grão da austenita prévia, melhor será a resistência à corrosão sob tensão do material. Desta forma a norma API5CT/ISO11960 solicita que tubos do tipo C110 tenham um tamanho de grão da austenita prévia ASTM 5 ou menor. Para os graus L80 e P110 não há exigências quanto ao tamanho de grão. Conforme tabela 5 e figuras 32, 33, 34 e 35, pode-se observar que para o material austenitizado a 890°C (encharque de 15 minutos) na condição laboratorial e para o material austenitizado a 890°C e a 1000°C (encharque de 1 minuto) na condição industrial, essa exigência é atendida, porém para amostra austenitizada a 1000°C na condição laboratorial (encharque de 15 minutos) esta condição não é atendida.

A cinética de formação da austenita é influenciada pela composição química, taxa de aquecimento e microestrutura inicial [29]. Como a composição química do material em estudo é a mesma para todas as amostras e a microestrutura inicial também, o tamanho de grão em estudo será influenciado pela taxa de aquecimento. De acordo com a bibliografia citada o aumento da taxa de aquecimento provoca uma redução da fração volumétrica de austenita [15]. Para as amostras austenitizadas na condição laboratorial a taxa de aquecimento foi de aproximadamente 1°C/s e para as amostras austenitizadas na condição industrial a taxa de aquecimento foi de aproximadamente 15°C/s. Desta forma nas amostras austenitizadas na condição laboratorial a taxa de difusão do carbono na austenita foi maior devido à menor taxa de aquecimento, enquanto que as amostras austenitizadas na condição industrial a taxa de aquecimento, conforme podemos observar na tabela 5.

Tamanho de grão da austenita prévia para	Temperado a 890°C	ASTM 6,4
amostras temperadas	Temperado a	ASTM 1,0
laboratorialmente	1000°C	
(encharque de 15 min)		
Tamanho de grão da	Temperado a	ASTM 8,2
austenita prévia para	890°C	
amostras temperadas	Temperado a	ASTM 7,2
Industrialmente	1000°C	
(encharque de 1 min)		

Tabela 5 – Tamanho de grão da austenita prévia das amostras austenitizadas a 890° e a 1000°C na condição laboratorial e industrial.



Figura 32 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 890°C, aumento de 500X. Observam-se os grãos bem definidos da austenita prévia de grão ASTM 6,4.



Figura 33 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 1000°C, aumento de 500X. Observam-se os grãos bem definidos da austenita prévia de grão ASTM 1.



Figura 34 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 890°C, aumento de 1000X. Observam-se os grãos bem definidos da austenita prévia de grão ASTM 8,2.



Figura 35 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C, aumento de 1000X. Observam-se os grãos bem definidos da austenita prévia de grão ASTM 7,2.

4.3.2 Caracterização do material como soldado

Na seção 3.1 foi apresentada uma micrografia do material na condição "como recebido" onde foi ressaltada a uniformidade da microestrutura e sua morfologia típica, composta por pacotes bem definidos de perlita e ferrita. Nesta seção será possível observar de forma direta o efeito da soldagem ERW/HFIW sobre a microestrutura. As figuras 36, 37, 38 e 39 apresentam a microestrutura das amostras após a realização da soldagem, possibilitando a observação macrografica da ampulheta característica do processo de soldagem, da microestrutura heterogenia característica da linha de solda. A microestrutura deformada e termicamente afetada da região conhecida como zona termo mecanicamente afetada (ZTMA), chamada desta maneira, já que sofre uma deformação mecânica durante a soldagem, que consequentemente leva a uma recristalização sutil, quando comparada com a microestrutura do material a 90° da região soldada que apresenta uma microestrutura formada por perlita e ferrita.



Figura 36 - Micrografias obtidas em microscópio de luz visível da amostra na condição soldada para um aumento de 500X. Observa-se uma microestrutura com morfologia característica do processo de soldagem conhecido como ampulheta. Ataque Nital 2%.



Figura 37 - Micrografias obtidas em microscópio de luz visível da amostra na condição soldada para um aumento de 1000X na região conhecida como linha de solda. Observa-se uma microestrutura heterogenia característica do processo de soldagem. Ataque Nital 2%.



Figura 38 - Micrografias obtidas em microscópio de luz visível da amostra na condição soldada para um aumento de 1000X da região conhecida como ZTMA. Observa-se uma microestrutura formada por perlita e ferrita deformada e recristalizada de morfologia característica do processo de soldagem. Ataque Nital 2%.



Figura 39 - Micrografias obtidas em microscópio de luz visível da amostra na condição soldada para um aumento de 1000X de uma região longe da solda. Observa-se uma microestrutura Observa-se uma microestrutura formada por perlita e ferrita. Ataque Nital 2%.

4.3.3 Caracterização do material temperado

Para materiais onde é exigido o tratamento térmico de tempera e revenido, como nos graus C110, P110 e L80(1), pretende-se obter durante a têmpera uma microestrutura prioritariamente martensítica. As figuras 40 a 53 apresentam as microestruturas da amostra temperada a 890°C e 1000°C, na condição laboratorial e industrial do metal de base, da linha de solda e ZTMA, reveladas por ataque químico com nital 2%, obtidas por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura. A comparação das microestruturas das amostras na condição laboratorial e industrial mostra que têmpera a partir de 1000°C produz uma microestrutura de ripas de martensita significativamente mais grosseiras do que a têmpera a partir de 890°C, um reflexo da diferença de tamanhos de grão austeníticos. Comprova-se assim, que o tamanho de grão da austenita prévia tem forte influência sobre a formação dos pacotes de ripas de martensita [30]. Observa-se ainda, conforme esperado através da analise dos diagramas CCT, a presença de um pequeno percentual de bainita nas amostras austenitizadas a 890°C na condição laboratorial e industrial e na amostra austenitizada a 1000°C na condição industrial. Observa-se ainda em ambas as amostras um pequeno percentual de ferrita não transformada e bainita.

A comparação das microestruturas para as amostras temperadas na condição industrial na região da linha de solda e zona termo mecanicamente afetada ZTMA também mostra que a tempera a 1000°C produz uma microestrutura de ripas de martensita significativamente mais grosseiras do que a tempera a partir de 890°C. Esta comparação mostra ainda que a deformação associada à temperatura imposta anteriormente nesta região acarretará na formação de ripas de martensita relativamente menores devido a recristalização e descarbonetação localizada mesmo após a austenitização.


Figura 40- Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 890°C, aumento de 500X. Ataque: Nital 2%. Observa-se uma microestrutura formada por ripas de martensita.



Figura 41 - Micrografia obtida em microscópio eletrônica de varredura da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 890°C, magnificação de 500X, Nital 2%. Observa-se uma microestrutura formada majoritariamente por ripas de martensita.



Figura 42 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 1000°C, aumento de 500X. Ataque: Nital 2%. Microestrutura composta por grandes grãos colunares de martensita e uma pequena fração volumétrica de ferrita não transformada e bainita.



Figura 43 - Micrografia obtida em microscópio eletrônica de varredura da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 1000°C, magnificação de 500X, Nital 2%. Microestrutura composta por grandes grãos colunares de martensita e uma pequena fração volumétrica de ferrita não transformada e bainita.



Figura 44 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 890°C, aumento de 1000X, Nital 2%, região a 90° da linha de solda. Observa-se uma microestrutura formada por pequenas ripas de martensita e uma pequena fração de bainita



Figura 45 - Micrografia obtida em microscópio eletrônica de varredura da amostra temperada industrialmente a temperatura de 890°C, magnificação de 2000X, Nital 2%, região a 90° da linha de solda. Observa-se uma microestrutura formada por pequenas ripas de martensita e uma pequena fração de bainita.



Figura 46 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C, aumento de 500X, Nital 2%, região a 90° da linha de solda. Microestrutura composta por grandes grãos colunares de martensita e uma pequena fração volumétrica de ferrita não transformada e bainita



Figura 47 - Micrografia obtida em microscópio eletrônica de varredura da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C, magnificação de 2000X, Nital 2%, região a 90° da linha de solda. Microestrutura composta por grandes grãos colunares de martensita e uma pequena fração volumétrica de ferrita não transformada e bainita.



Figura 48 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 890°C, aumento de 50X, Nital 2%, região soldada.



Figura 49 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C, aumento de 50X, Nital 2%, região soldada



Figura 50 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 890°C da região da linha de solda, aumento de 500X, Nital 2%.



Figura 51 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C, da linha de solda, aumento de 500X, Nital 2%.



Figura 52 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 890°C, aumento de 500X, Nital 2%, Zona termo mecanicamente afetada.



Figura 53 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C, aumento de 500X, Nital 2%, Zona termo mecanicamente afetada.

4.3.4 Caracterização do material temperado e revenido

Elementos químicos como o cromo, vanádio e molibdênio adicionados ao aço em estudo são elementos formadores de carbonetos estáveis no aço. Estes carbonetos se formam durante o revenimento preferencialmente no contorno de grão e nas ripas de martensita.

Nas figuras 54 e 65 é apresentada a microestrutura das amostras temperadas a partir 890°C e 1000°C e revenidas na condição laboratorial a 700°C e na condição industrial a 670°C, do metal de base, da linha de solda e ZTMA, analisadas por microscopia ótica e eletrônica de varredura, respectivamente. Para as amostras tratadas termicamente em ambas as condições pode-se observar a formação de martensita revenida com finos precipitados localizados no contorno de grão da austenita prévia e das ripas de martensita. Estes precipitados são carbonetos mistos de ferro, cromo e molibdênio. Entretanto, apesar de visíveis ao MEV, a obtenção de espectros de EDS para análise da composição química dos precipitados fica comprometida pelo pequeno tamanho destes e pela influência da matriz.

As amostras tratadas termicamente na condição industrial apresentaram uma microestrutura de martensita revenida mais fina que as amostras austenitizadas na condição laboratorial. Quando comparadas às amostras tratadas na mesma condição, também se observa que as amostras austenitizadas a 1000°C apresentam uma estrutura de martensita revenida mais grosseira se comparada com as amostras austenitizadas a 890°C. Este fato está relacionado ao tamanho de grão da austenita prévia obtida em cada uma das condições.

A comparação das microestruturas para as amostras temperadas e revenidas na condição industrial na região da linha de solda e zona termo mecanicamente afetada ZTMA mostra que a tempera a 1000°C produz uma microestrutura de martensita revenida significativamente mais grosseiras do que a tempera a partir de 890°C. Conforme visto anteriormente, a estrutura de martensita revenida é relativamente menor para as amostras temperadas a 890°C, uma vez que a região é formada por martensita ripas de martensita relativamente menores devido a recristalização e descarbonetação localizada.



Figura 54 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 890°C e revenida a 700°C, aumento de 500X, Nital 2%.



Figura 55 - Micrografia obtida em microscópio eletrônico de varredura da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 890°C e revenida a 700°C, magnificação de 2000X, Nital 2%.



Figura 56 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 1000°C e revenida a 700°C, aumento de 500X. Ataque: Nital 2%.



Figura 57 - Micrografia obtida em microscópio eletrônico de varredura da amostra temperada laboratorialmente a temperatura de 1000°C e revenida a 700°C, magnificação de 2000X, Nital 2%.



Figura 58 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 890°C e revenida a 680°C, aumento de 500X, Nital 2%.



Figura 59 - Micrografia obtida em microscópio eletrônico de varredura da amostra temperada industrialmente a temperatura de 890°C e revenida a 680°C, magnificação de 2000X, Nital 2%.



Figura 60 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C e revenida a 680°C, aumento de 500X, Nital 2%.



Figura 61 - Micrografia obtida em microscópio eletrônico de varredura da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C e revenida a 680°C, magnificação de 2000X, Nital 2%.



Figura 62 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 890°C e revenida a 670°C, aumento de 500X, Nital 2%.linha de solda



Figura 63 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C e revenida a 670°C, aumento de 500X, Nital 2%.linha de solda



Figura 64 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 890°C e revenida a 670°C, aumento de 500X, Nital 2%. ZTMA



Figura 65 - Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra temperada industrialmente a temperatura de 1000°C e revenida a 670°C, aumento de 500X, Nital 2%. ZTMA

4.4 Caracterização Mecânica

4.4.1 Ensaio de tração

Para a caracterização mecânica do material foram realizados ensaios de tração após os tratamentos térmicos de tempera e revenimento realizados na condição laboratorial com temperaturas de austenitização de 890°C e 1000°C As figuras 66 e 67 representam os resultados de limite de escoamento (LE) e limite de resistência (LR) obtidos para os ensaios das amostras na condição laboratorial. Observa-se que apesar da diferença significativa de tamanho de grão austenítico e das ripas de martensita, as propriedades em tração foram similares, entre o grupo de amostras austentizado a 890°C e 1000°C.

Com relação ao atendimento dos requisitos da norma API 5CT/ISO11960, de acordo com a tabela 6, a adequação das propriedades mecânicas ao grau L80 não pode ser alcançada pelos tratamentos térmicos realizados, visto que o limite de escoamento esteve sempre acima do máximo permitido (655 MPa), embora os requisitos de alongamento e limite de resistência tenham sido satisfeitos, devendo-se salientar que o tempo de revenido utilizado foi de 30 minutos.

As propriedades para o grau C110 são atingidas através do revenido a 600°C, independentemente da temperatura de têmpera. Deve-se lembrar, porém, que o material investigado tem teor de Mo inferior à faixa do API 5CT C110. Além disso, o grau C110 tem requisitos relacionados ao ensaio de corrosão sob tensão, segundo a norma NACE 0177, que não foram abordados neste trabalho.

As propriedades do grau API 5CT P110 podem ser alcançadas mediante o revenido a 600°C, para ambas as temperaturas de têmpera experimentadas (890°C e 1000°C), salientando-se que este grau não tem requisito de ensaio de corrosão sob tensão.

Grau	Alongamento %	Limite de Escoamento (MPa)		Limite de resistência (MPa)
		Min.	Máx.	Min.
L80 (1)	0,5	552	655	655
C110	0,7	758	828	793
P110	0,6	758	965	862

Tabela 6 - Requisitos de tração para os aços L80, C110 e P110 da norma API 5CT/ISO11960 [3].



Figura 66 - Gráficos comparativos dos resultados obtidos com os valores limites recomendados pela norma API 5CT/ISO11960 [3] para o grau C110 e P110 do limite de escoamento (LE), onde T representa a temperatura de austenitização e TR a temperatura de revenido das amostras ensaiadas na condição laboratorial.



Figura 67 - Gráficos comparativos dos resultados obtidos com os valores limites recomendados pela norma API 5CT/ISO11960 [3] para o grau C110 e P110 do limite de resistência (LR), onde T representa a temperatura de austenitização e TR a temperatura de revenido das amostras ensaiadas na condição laboratorial.

Para a caracterização mecânica do material foram realizados também ensaios de tração após os tratamentos térmicos de tempera e revenimento realizados na condição industrial com temperaturas de austenitização de 890°C e 1000°C e temperatura de revenido de 670°C As figuras 68 e 69 representam aos resultados de limite de escoamento (LE) e limite de resistência (LR) e relação elástica (RE) obtida para os ensaios das amostras na condição industrial. Observa-se que apesar da diferença significativa de tamanho de grão austenítico e das ripas de martensita, as propriedades em tração foram similares, entre o grupo de amostras austentizado à 890°C e 1000°C em ambas as condições. Os resultados demonstram que o material temperado na condição industrial atende aos requisitos da norma para os graus C110 e P110 com relação aos requisitos de tração, e demonstra novamente que as amostras tratadas termicamente na condição laboratorial com temperatura de revenido a 700°C não atende aos requisitos especificados para a norma, no entanto como demonstrado anteriormente para a temperatura de 600°C o material atenderia aos requisitos. A diferença com relação ao atendimento aos requisitos da norma se comparando os resultados das amostras tratadas termicamente na condição laboratorial e industrial se deve principalmente ao fato da diferença existente na taxa de aquecimento, demonstrando que quanto maior for a taxa de aquecimento, maior será a resistência mecânica para uma temperatura de revenimento próxima.



Figura 68 - Gráficos comparativos dos resultados obtidos com os valores limites recomendados pela norma API 5CT/ISO11960 [3] para o grau C110 e P110 do limite de resistência (LR) e limite de escoamento (LE), onde T890°C representa a austenitização a 890°C e 1000°C, revenidas a 670°C na condição industrial (Ind.) e revenidas a 700°C na condição laboratorial (Lab.).



Figura 69 - Gráficos comparativos dos resultados obtidos com os valores limites recomendados pela norma API 5CT/ISO11960 [3] para o grau C110 e P110 da razão elastica (RE), onde T890°C e T1000°C representam a austenitização a 890°C e 1000°C, e revenidas a 670°C na condição industrial (Ind.) e revenidas a 700°C na condição laboratorial (Lab.) Para a caracterização mecânica da solda também foram realizados ensaios de tração transversal à linha de solda após os tratamentos térmicos de tempera e revenimento realizados na condição industrial com temperaturas de austenitização de 890°C e 1000°C e temperatura de revenido de 670°C A figura 70 representam os resultados de limite de escoamento (LE) e limite de resistência (LR). Observa-se que apesar da diferença significativa de tamanho de grão austenítico e das ripas de martensita, as propriedades em tração na região soldada foram similares, entre o grupo de amostras austentizado a 890°C e 1000°C na condição industrial. Os resultados demonstram que o material temperado na condição industrial atende aos requisitos da norma para os graus C110 e P110, com relação aos requisitos de tração na região soldada. Apesar de termos utilizados um recurso técnico para realização destes ensaios os mesmos foram satisfatórios.



Figura 70 - Gráficos comparativos dos resultados obtidos com os valores limites recomendados pela norma API 5CT/ISO11960 [22] para o grau C110 e P110 do limite de resistência (LR) e limite de escoamento (LE), onde T890°C representa a austenitização a 890°C e T1000°C representa a amostra austenitizada a 1000°C e revenida a 670°C na condição industrial (Ind.) do ensaio de tração transversal na linha de solda.

4.4.2 Ensaio de Impacto

Para as amostras tratadas termicamente na condição industrial é extremamente importante avaliar como a tenacidade varia com os tratamentos térmicos, o que pode ser feito com o auxílio da figura 71. A tenacidade ao das amostras temperadas a partir de 890°C e 1000°C, apresentou-se sempre crescente no intervalo de temperatura de revenido entre 300 a 700°C, mostrando que o material não apresenta fragilidade de revenido. A têmpera a partir de 1000°C, produziu um tamanho de grão austenítico maior, como constatado, o que influenciou nos valores de tenacidade obtidos comparando-se as amostras austenitizadas a 890°C e 1000°C, com e sem revenido.

Na figura 71 também é apresentada a tenacidade ao impacto Charpy em testes a 0°C do aço investigado, em função da temperatura de revenido, para amostras temperadas a partir de 890°C. Observa-se que a tenacidade aumenta continuamente com a temperatura de revenido, não sendo observada uma zona de fragilidade de revenido a 550°C e no revenimento a 700°C a tenacidade foi menor nas amostras de grão austenítico prévio mais grosseiro, conforme esperado.

A análise das superfícies de fratura mostram que o material como temperado a partir de 1000°C, conforme figura 73, apresenta aspecto frágil de clivagem com poucas regiões de microvazios muito pequenos. Quando temperado a 890°C, mesmo sem revenido, as fraturas apresentaram uma porcentagem maior de microvazios, embora contendo ainda grande porcentagem de regiões com clivagem conforme figura 72. O revenido a 300°C já produziu uma fratura com muitas regiões com microvazios, apesar de pequenos, conforme figura 74. Finalmente, o revenido a 700°C tornou o material significativamente mais tenaz com uma fratura já contendo microvazios grandes e pequenos, conforme figura 75.

Para as amostras tratadas termicamente na condição industrial é extremamente importante realizar ensaios de impacto de acordo com o solicitado pela norma API5CT/ISO11960, que determina valores específicos para cada classificação do grau do tubo e solicita a realização de ensaios a 0°C, na posição longitudinal e na posição transversal a solda para as amostras temperadas e revenidas. Foram realizados ainda ensaios a -50, -20 e a 25 °C de forma a possibilitar o levantamento da curva de transição dúctil frágil do material.



Figura 71 - Dureza x impacto das amostras austenitizadas a 890°C (1T) e austenitizada a 1000°C (2T)



Figura 72 - Fractografia da amostra temperada a 890°C na condição laboratorial. Magnificação de 1000X.



Figura 73 - Fractografia da amostra temperada a 1000°C na condição laboratorial. Magnificação de 1000X.



Figura 74 - Fractografia amostra temperada a 890°C e revenida a 300°C, na condição laboratorial. Magnificação de 1000X.



Figura 75 - Fractografia amostra temperada a 890°C e revenida a 700°C, na condição laboratorial. Magnificação de 1000X

A figura 76 apresenta o resultado do ensaio de impacto realizado nas amostras na condição como soldada, pode-se observar a transição dúctil frágil que ocorre entre as temperaturas de -20°C e 25 °C e a existência uma redução da energia de impacto na região soldada em consequência de sua microestrutura heterogenia apresentada logo após a soldagem.

. A figura 77 apresenta o resultado do ensaio de impacto realizado na condição temperada, pode-se observar que a têmpera a partir de 1000°C, produziu um tamanho de grão austenítico maior, como constatado, o que influenciou nos valores de tenacidade obtidos comparando-se as amostras temperadas a partir de 890°C e 1000°C, revenidas a 670°C.

A figura 78 apresenta o resultado do ensaio de impacto realizado na condição temperada e revenida, pode-se observar a existência de uma diferença de tenacidade da região soldada se comparado com o metal de base, no entanto em ambas as situações e condições, os requisitos solicitados por norma para os graus P110 e C110, são atendidos.

A figura 79 apresenta o resultado do ensaio de impacto realizado na região soldada na condição como soldada e na condição temperada e revenida, pode-se observar uma melhoria significativa de tenacidade da linha de solda após a realização do tratamento térmico de tempera e revenimento, mostrando a eficiência do processo de soldagem.

As análises das superfícies de fratura, ensaiadas a -50°C mostram que o material como soldado, conforme figura 80, apresenta aspecto dúctil no metal de base e aspecto frágil de clivagem com poucas regiões de microvazios muito pequenos no ensaio realizado transversalmente a linha de solda, conforme figura 81.

As analises das superfícies de fratura, ensaiadas a -50°C mostram que o material austenitizado a 890°C revenido a 670°C apresentaram aspecto de fratura completamente dúctil, conforme figuras 82 e 83, demonstrando a eficiência deste ciclo de tratamento térmico sobre a tenacidade do material e junta soldada. O metal de base o material se mostrou significamente mais tenaz com uma fratura contendo microvazios grandes e pequenos.

As análises das superfícies de fratura, ensaiadas a -50°C mostram que o material como temperado a partir de 1000°C, conforme figura 85, apresenta aspecto frágil de clivagem com poucas regiões de microvazios muito pequenos. Quando temperado a 890°C, as fraturas não apresentaram microvazios, embora contendo regiões de clivagem relativamente menores, conforme figura 84.

As analises das superfícies de fratura, ensaiadas a -50°C mostram que o material austenitizado a 1000°C revenido a 670°C apresentaram aspecto de fratura dúctil para o metal de base, conforme figura 77, e aspecto frágil para o ensaio realizado transversalmente a linha de solda, conforme figura 85, demonstrando que este ciclo de tratamento térmico não foi eficiente para garantir a tenacidade da junta soldada quando em baixas temperaturas.

Deve se levar em consideração que os valores de percentual de fratura dúctil apresentados no gráfico são resultados referentes a analise visual do aspecto de fratura, não tendo a mesma precisão dos resultados encontrados na fractografia realizada em microscopia eletrônica de varredura.



Figura 76 – Curva da energia de impacto *versus* temperatura das amostras na condição soldada. Onde LS-T refere-se ao ensaio realizado transversalmente a linha de solda e MB-L refere-se ao ensaio realizado longitudinalmente ao metal de base.



Figura 77 – Curva da energia de impacto *versus* temperatura das amostras na condição temperada realizados longitudinalmente ao metal de base. Onde 1T refere-se ao material austenitizado a 890°C e 2T refere-se ao material austenitizado a 1000°C.



Figura 78 - Curva da energia de impacto *versus* temperatura das amostras na condição revenida. Onde LS-T refere-se ao ensaio realizado transversalmente a linha de solda e MB-L refere-se ao ensaio realizado longitudinalmente ao metal de base. 1A e 1B refere-se ao material austenitizado a 890°C e 2A e 2B refere-se ao material austenitizado a 1000°C.



Figura 79 - Curva da energia de impacto *versus* temperatura comparativo das amostras na condição revenidas da região soldada. Onde TR refere-se ao material na condição temperado e revenido, CS refere-se ao material na condição como soldado, 1A refere-se ao material austenitizado a 890°C ,2A refere-se ao material austenitizado a 1000°C e CM o material na condição como soldado.



Figura 80 - Fractografia da amostra na condição como soldada, realizado no metal de base na posição longitudinal, à temperatura de -50. Magnificação de 500X.



Figura 81 - Fractografia da amostra na condição como soldada, realizado no transversalmente a linha de solda, à temperatura de -50°C. Magnificação de 500X.



Figura 82 – Fractografia da amostra temperada a 890°C e revenida a 670°C na condição industrial, realizado no metal de base na posição longitudinal, à temperatura de -50°C. Magnificação de 500X.



Figura 83 – Fractografia da amostra temperada a 890°C revenida a 670°C na condição industrial, realizado transversalmente a linha de solda, à temperatura de -50°C. Magnificação de 500X.



Figura 84 – Fractografia da amostra temperada a 890°C, realizado no metal de base na posição longitudinal, à -50°C. Magnificação de 500X.



Figura 85 - Fractografia da amostra temperada a 1000°C, realizado no metal de base na posição longitudinal, à -50°C. Magnificação de 500X



Figura 86 – Fractografia da amostra temperada a 1000°C e revenida a 670°C na condição industrial, realizado transversalmente a linha de solda, à temperatura de -50°C. Magnificação de 500X



Figura 87 - Fractografia da amostra temperada a 1000°C e revenida a 670°C na condição industrial, realizado no metal de base na posição longitudinal, à temperatura de -50°C. Magnificação de 500X

4.4.3 Ensaio de dureza

Os resultados obtidos no ensaio de dureza estão representados nas Figuras 88 e 89. Foram ensaiados os tubos temperados e tubos revenidos De acordo com a norma API5CT/ISO11960 a dureza máxima para os tubos revenidos deve ser HRC 25,4 e a dureza para têmpera deve ser no mínimo HRC 42.

As figuras 88 e 89 apresentam os resultados de dureza realizados nas amostras temperadas e temperadas e revenidas nas condições laboratoriais e industriais, observase que ambas as condições atendem aos requisitos da norma.

A figura 90 apresenta os resultados das amostras tratadas termicamente na condição laboratorial, demostrando o decréscimo de dureza em função do aumento da temperatura de revenimento.



Figura 88 - Dureza das amostras temperadas na condição laboratorial e industrial, onde T890°C e T1000°C.



Figura 89 - Dureza das amostras temperadas e revenidas na condição laboratorial e industrial, onde T890°C e T1000°C representam a austenitização a 890°C e 1000°C, respectivamente, e revenidas a 670°C na condição industrial (Ind.) e revenidas a 700°C na condição laboratorial (Lab.).



Figura 90 - Dureza das amostras versus temperatura de revenido para as amostras ensaiadas na condição laboratorial, onde 1D são as amostras austenitizadas a 890°C e 2D são as amostras austenitizadas a 1000°C.

4.4.4 Microdureza

Os resultados obtidos com o ensaio de microdureza estão representados graficamente nas Figuras 91 e 92. Usualmente, o teste de microdureza é utilizado para se identificar fases de diferentes durezas e assim caracterizar de forma rápida a microestrutura presente. Entretanto, a assertividade do ensaio será maior quando usado com outra técnica de caracterização. Em nosso estudo o objetivo é avaliar o perfil de microdureza transversalmente à linha de solda A Linha de solda sofre uma descarbonetação e por este motivo a região apresenta menor dureza após tempera. Os ensaios foram realizados com uma carga de 0,5 kgf por 15 segundos e distancia entre endentações de 150 micrometros.

A figura 91 representa o perfil de dureza da junta soldada na condição temperada e na condição temperada e revenida. Observa-se uma redução no valor de microdureza, mais efetivo na condição temperada, que está relacionado ao fato desta região sofrer uma descarbonetação durante a soldagem. O tratamento térmico de revenimento para a amostra austenitizada a 890°C se mostrou mais efetivo quanto a minimização deste efeito.



Figura 91 - Perfil de dureza junta soldada tratadas termicamente na condição industrial após tempera e após revenido, da região central a solda. Onde o T representa a mostra na condição temperada e TR representa a amostra temperada e revenida.



Figura 92 – Micrografia obtida em microscópio de luz visível da amostra tratada termicamente na condição industrial, representando esquematicamente a posição das endentações realizadas.

4.4.5 Dobramento

Para analisar o resultado do ensaio, examina-se a olho nu a zona tracionada do corpo de prova; para ser aprovado, o corpo de prova não deve conter trincas ou descontinuidades acima de um determinado valor especificado. O resultado do ensaio é considerado reprovado se o corpo de prova apresentar estes defeitos ou se romper antes de atingir o ângulo a especificado.

Os ensaios de dobramento realizados, tanto o transversal de raiz e transversal de face, demonstraram que a amostra soldada pelo processo ERW/HFIW tratada termicamente na condição industrial foi satisfatório não apresentando falhas em nenhum dos ensaios realizados, comprovando a eficiência do ciclo de tratamento térmico realizado sob as propriedades mecânicas da junta soldada.

4.5 Caracterização da Resistência à Corrosão Sob Tensão por Sulfetos

4.5.1 Ensaio de BTD

O presente trabalho não teve como objetivo qualificar o material quanto aos requisitos da norma API 5CT/ISO11960 e sim estudar as características do aço de composição química desenvolvida para ser utilizado em tubulações petrolíferas, tendo sido soldado experimentalmente pelo processo HFIW/ERW. Cabe ainda ressaltar que não estão sendo avaliados neste trabalho os requisitos de corrosão na região soldada, mas sim do aço utilizado. Inicialmente esperava-se que o aço estudado atendesse aos requisitos para o grau L80 1% Cr, e por este motivo escolheu-se o trabalho realizado por Souza (2012) [4]. Porém ao levantar a curva de revenido do material observou-se que o mesmo não atenderia a estes requisitos, uma vez que o valor de limite de escoamento esteve sempre acima do especificado por norma. No entanto, atenderia aos requisitos quanto ao grau C110, porém o teor de Mo é inferior à faixa especificada na norma (mínimo de 0,25% Mo) e este grau apresenta requisitos quanto à corrosão sob tensão por sulfetos, que neste trabalho não foram avaliados de acordo com o especificado pela norma API 5CT, a qual solicita que o ensaio seja realizado de acordo com a NACE TM0177.

A tabela 7 faz uma comparação do material utilizado no estudo de Souza (2012) [4] e o material utilizado no presente estudo com relação à composição química, dureza após revenido e temperaturas do tratamento térmico. Como pode-se observar, a composição química, ciclo de tratamento térmico e dureza não são idênticos, fatos estes que consequentemente influenciam na diferença entre as propriedades dos dois materiais, visto que o material do presente trabalho não atende aos requisitos da norma para o grau L80 1% Cr, o que não impossibilita a comparação de resultados, uma vez que se conhecem os requisitos normatizados para ambos os graus supracitados. Deve-se observar que o grau C110 deve apresentar limite de escoamento, limite de resistência e resistência à corrosão sob tensão por sulfetos superiores ao L80 1%Cr.

Os resultados de limite de escoamento (σ e), limite de resistência (σ r), deformação, redução de área e tempo de ruptura, obtidos nos ensaios realizados no presente trabalho e os dos ensaios realizados por Souza (2012) [4] são expostos na tabela 7. A redução de área também pode ser observada na imagem 93. Os valores de

redução de área indicam que a solução utilizada promoveu um efeito significativo na fragilização do material. Os corpos de prova submetidos à solução apresentaram uma diminuição de aproximadamente 65% de redução de área em relação aos ensaios realizados ao ar no caso do material em estudo austenitizado a 890°C, sendo aproximadamente 15% maior que o valor encontrado no estudo de Souza (2012) [4] e de aproximadamente 85% para o material austenitizado a 1000°C, sendo aproximadamente 35% maior que o valor encontrado no estudo de Souza (2012) [4], demonstrando que o material em estudo apresenta menor ductilidade. Somando os resultados apresentados na tabela 8 aos gráficos, tensão versus deformação, figuras 94 e 95, confirma-se que o material em estudo apresenta maior resistência mecânica em todas as condições que o L80 1% Cr, porém com menor ductilidade.

	Material utilizado por Souza (2012)	Material em estudo
С	0,250	0,220
Mn	0,860	0,510
Мо	0,130	0,196
Cr	0,850	0,987
Ni	0,010	0,015
Cu	0,050	0,008
Р	0,014	0,015
S	0,0020	0,0033
Si	0,280	0,201
Tratamento térmico	Austenitizado – 900°C	1 -Austenitizada – 890°C
	Revenido – 700°C	2 - Austenitizada – 1000°C
		Ambas revenidas – 680°C
Dureza	24 HVC	1 – 28 HRC
		2 – 29 HRC

Tabela 7 - Comparação do material em estudo com material utilizado por Souza (2012), quanto a composição química, ciclo de tratamento térmico e dureza.
A relação da redução de área do material ensaiado ao ar em relação ao material ensaiado em solução é fator fundamental na determinação da suscetibilidade à corrosão sob tensão por sulfetos (SSCS) do material. Quanto maior for essa relação, maior será a suscetibilidade [18], desta forma o material em estudo apresenta maior suscetibilidade à corrosão sob tensão por sulfetos que o L80 estudado por Souza (2012) [4]. A susceptibilidade mais expressiva do material austenitizado a 1000°C está relacionada à variação do tamanho de grão da austenita prévia.

Tabela 8 - Valores obtidos nos ensaios de tração sob baixa taxa de deformação. Sendo T890°C os resultados para as amostras austenitizadas a 890°C e T1000°C os resultados para as amostras austenitizadas a 1000°C e L80 o material estudado por Souza (2012) [3] ensaiadas ao Ar e em solução (Sol.).

Amostra	σ _e (Kgf/mm ²)	$\sigma_r (Kgf/mm^2)$	Deformação final	Redução de área (%)	Tempo de ruptura (s)
L80 – Ar	53	64	0,25	80,3	16800
L80 – Sol.	60	73	0,15	46,6	11995
T890°C – Ar	78	86	0,14	75,7	12840
T890°C – Sol.	87	94	0,07	26,0	10380
T1000°C - Ar	80	89	0,10	73,1	11820
T1000° - Sol.	77	87	0,07	11,3	11640



Figura 93 - Resultados de redução de área obtidos com os ensaios de tração BTD. Sendo T890°C os resultados para as amostras austenitizadas a 890°C e T1000°C os resultados para as amostras austenitizadas a 1000°C e L80 o material estudado por Souza (2012) [3] ensaiadas ao ar e em solução (Sol.).



Figura 94 - Tensão versus deformação do ensaio de tração BTD do material estudado por Souza (2012) [4], ensaiado ao ar, comparativamente ao material estudado no presente trabalho austenitizado a 890°C (T890°C_ar) e austenitizado a 1000°C (T1000°C_ar), ambos ensaiados ao ar.



Figura 95 - Tensão versus deformação do ensaio de tração BTD do material em estudado, austenitizado a 890°C, ensaiado em solução, comparativamente ao material estudado no presente trabalho austenitizado a 890°C (T890°C_sol) e austenitizado a 1000°C (T1000°C_sol), ambos ensaiados em solução.



Figura 96 - Vista lateral da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada ao ar.



Figura 97 - Superfície de fratura da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada ao ar.



Figura 98 – Fractografia da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada ao ar.



Figura 99 - Vista lateral da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada ao ar.



Figura 100 - Superfície de fratura da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada ao ar.



Figura 101 - Fractografia da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada ao ar.



Figura 102 - Vista lateral da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada em solução.



Figura 105 - Amostra temperada a 1000°C ensaiada em solução



Figura 103 - Superfície de fratura da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada em solução.



Figura 106 - Superfície de fratura da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada em solução.



Figura 104 - Fractografia da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada em solução.



Figura 107 - Fractografia da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada em solução.

As Figuras 96 a 101 mostram a análise das fractografias do aço em estudo, que foi austenitizado em condição industrial à temperatura de 890°C e 1000°C, ensaiados ao ar, obtidas ao microscópio eletrônico de varredura, onde se observa os efeitos dos micromecanismos dúcteis de fratura, por coalescimento de microcavidades. A amostra austenitizada a 890°C apresenta aspecto dúctil com regiões de microvazios grandes e pequenos, tornando o material austenitizado nesta condição relativamente mais tenaz que o material austenitizado a 1000°C, que apresentou aspecto dúctil com muitas regiões com microvazios, apesar de pequenos.

As Figuras 102 a 107 mostram a análise das fractografias do aço em estudo, que foi austenitizado em condição industrial à temperatura de 890°C e 1000°C, ensaiados em solução, obtidas ao microscópio eletrônico de varredura, onde se observa os efeitos dos micromecanismos frágeis de fratura, por clivagem. A amostra austenitizada a 890°C apresenta aspecto frágil de clivagem com poucas regiões de microvazios pequenos, tornando o material austenitizado nesta condição relativamente menos frágil que o material austenitizado a 1000°C, que apresentou aspecto completamente frágil de clivagem.

4.5.1.1.1 EDS das trincas

Contreras *et al.* (2005) [18] estudou se o fator de iniciação das trincas estava relacionado à corrosão, analisando por EDS os elementos químicos presentes nas trincas, concluindo que a presença de Na, Cl, S, Mn, C, S e Fe demonstra a presença de produtos de corrosão como FeO, MnS e NaCl.

No presente trabalho, após a realização dos ensaios de tração em baixa taxa de deformação realizada em solução, os corpos de prova foram preparados para obter um corte longitudinal, no qual foram identificadas trincas secundárias que aparentemente seriam trincas internas. A fim de verificar se as trincas visualmente internas são realmente internas ou fruto de uma fragilização por H⁺ realizamos analises de EDS, de forma a verificar a presença dos elementos químicos detectados por Contreras *et al.* (2005) [18].

As figuras 108, 109 e 110 representam a analise de EDS realizada na região 1, correspondente ao metal de base e na região 2, correspondente à região da trinca visualmente interna, onde pode-se observar que para o espectro de EDS da matriz não apresenta pico significativo para a energia correspondente ao enxofre e molibdênio enquanto no espectro da região interna a trinca apresenta picos de Na, Cl, Ca S/Mo, C, e Fe, demonstrando que as trincas visualmente interna são na verdade trincas secundárias que se propagaram para o interior do corpo de prova, uma vez que foi detectado a presença de elementos químicos que são frutos de produtos da corrosão como NaCl e FeO. Como a energia dispersiva do enxofre e molibdênio é igual, realizamos a EDS da matriz, de forma que podemos afirmar que o pico é referente á presença de enxofre, uma vez que a presença de molibdênio da matriz não é suficiente para gerar um pico expressivo durante geração do espectro.

As figuras 111, 112, 113 e 114 representam a analise de EDS realizada na região 1, correspondente a uma trinca externa e região 2 correspondente a uma trinca visualmente interna, onde pode-se observar a presença dos elementos Na, Cl, Ca S/Mo, C, e Fe, demonstrando que a trinca visualmente internas são na verdade trincas secundárias que se propagaram para o interior do corpo de prova, uma vez que foi detectado à presença de elementos químicos que são frutos de produtos da corrosão como NaCl e FeO.



Figura 108 - Micrografia obtida por MEV de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada em solução. Região 1 corresponde a matriz e região 2 corresponde a região da trinca visualmente secundária.



Figura 109 - Espectro de EDS de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada em solução. Região 1 correspondente a matriz.



Figura 110 -Espectro de EDS de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 890°C, ensaiada em solução. Região 2 corresponde a região da trinca visualmente secundária.



Figura 111 e 112 - Micrografia obtida por MEV de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada em solução. Região 1 corresponde a uma trinca externa e região 2 corresponde a uma trinca visualmente secundária.



Figura 113 - Espectro de EDS de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada em solução. Região 1 corresponde a uma trinca externa.



Figura 114 - Espectro de EDS de trinca obtida após corte longitudinal do corpo de prova de ensaio de BTD da amostra austenitizada a 1000°C, ensaiada em solução. Região 2 corresponde a uma trinca visualmente secundária.

CAPÍTULO 5

5 Conclusão

Para o material austenitizado a 890°C na condição laboratorial e para o material temperado a 890°C e a 1000°C na condição industrial, a exigência com relação ao tamanho de grão da austenita prévia foi atendido, porém para amostra austenitizada a 1000°C na condição laboratorial (encharque de 15 min) esta condição não foi atendida.

Após a soldagem é possível observar a microestrutura heterogênea da região soldada e a microestrutura formada por perlita e ferrita deformada e recristalizada de morfologia característica do processo de soldagem, da zona termo mecanicamente afetada (ZTMA).

A têmpera a partir de 890°C foi comparada com a têmpera a partir de 1000°C, observando grãos de austenita prévia significativamente mais finos quando se utilizou a têmpera a partir de 890°C. Esta temperatura de austenitização produziu grãos austeníticos ASMT 6,4 para condição laboratorial e ASTM 7,2 para condição industrial, que foram totalmente transformados em martensita de ripas finas após a têmpera. O mesmo comportamento é observado para a ZTMA, no entanto a deformação associada à temperatura imposta anteriormente nesta região acarretará na formação de ripas de martensita relativamente menores devido a recristalização e descarbonetação localizada.

A microestrutura após têmpera e revenimento é constituída, em ambas as condições, por martensita revenida com finos precipitados localizados no contorno de grão da austenita prévia e das ripas de martensita. O mesmo comportamento é observado para a ZTMA, no entanto apresenta uma microestrutura relativamente mais fina uma vez que anteriormente era formada por ripas de martensita relativamente menores devido a recristalização e descarbonetação localizada.

O aço investigado, de composição 0,22%C-0,987%Cr-0,196%Mo, pode atender aos requisitos do grau C110 da norma API 5CT, quanto ao tamanho de grão da austenita prévia e resistência mecânica, quando revenido em água a 600°C. Porém é de suma importância salientar que para este grau ainda existem requisitos de corrosão sob tensão, de acordo com norma NACE TM0177que não foram avaliados neste trabalho. O tempo de revenido neste trabalho foi de 30 minutos, não podendo-se garantir as mesmas propriedades para tempos mais curtos.

O aço investigado, de composição 0,22%C-0,987%Cr-0,196%Mo, pode atender aos requisitos do grau P110 da norma API 5CT, destinada a tubos de revestimento e produção de poços de petróleo. Para tal, o material deve ser tratado por têmpera em água e também revenido a 600°C. Porém não é viável economicamente, uma vez que este grau é fabricado atualmente com aço carbono sem adição de cromo e molibdênio. O tempo de revenido neste trabalho foi de 30 minutos, não podendo-se garantir as mesmas propriedades para tempos mais curtos.

O aço investigado, de composição 0,22%C-0,987%Cr-0,196%Mo, não pode atender aos requisitos do grau L80(1) da norma API 5CT,uma vez que, para este tratamento térmico, em especial o temperado a 890°C e revenido a 700°C por 30 minutos o limite de escoamento esteve sempre acima do máximo permitido (655 Mpa).

O aço investigado não apresentou fragilidade de revenido, visto que sua tenacidade aumentou continuamente com o revenido no intervalo entre 300 e 700° C. A superfície de fratura adquiriu aspecto completamente dúctil com os revenidos a 300° C e 700° C.

O ciclo de tratamento térmico realizado na condição industrial, austenitizada a 890°C e revenimento a 670°C se mostrou eficiente em garantir as características especificadas pela norma API5CT/ISO11960 para os graus P110 e C110, quanto a resistência ao impacto do metal de base e junta soldada.

O ensaio de microdureza demostrou que o ciclo de tratamento térmico na condição industrial com temperatura de austenitização de 890°C se mostrou eficiente quanto a homogeneização da resistência mecânica da junta soldada.

O material em estudo apresenta maior resistência mecânica em todas as condições em relação ao L80 1% Cr estudado por Souza (2012) [3], porém apresenta menor ductilidade, e maior suscetibilidade à corrosão sob tensão por sulfetos que o L80 1% Cr estudado por Souza (2012) [3].

Não foi detectada a presença de trincas secundárias internas nos corpos de prova de BTD, desta forma os resultados obtidos não foram suficientes para determinar a existência da fragilização pela presença de H⁺.

Trabalhos futuros

Uma vez concluído o trabalho, a seguinte sugestão para trabalhos futuros pode ser apresentada: Estudar a suscetibilidade do material austenitizado a 890°C e revenido a 670°C na condição industrial quanto a corrosão sob tensão utilizando os ensaios de acordo com o solicitado pela norma API5CT/ISO11960.

Referências bibliográficas

- O Globo.com, "Disponível em: ">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.com/economia/pre-sal-brasil-tem-potencial-para-explorar-55-bilhoes-de-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo.globo.com/economia/pre-sal-barris-6097763#ixzz2Di6ouTyr>">http://oglobo.globo
- [2] L. C. R. Melo, "Desenvolvimento de tubo ARBL contendo 1Cr 0,2Mo fabricado pelo processo ERW/HF destinado à industria de petróleo e gás", Guaratinguetá: Dissertação de mestrado apresentada a faculdade de engenharia do campus de guaratinguetá, UFP, 2013.
- [3] ISO, ISO FDIS 11960.2 API5CT, Petroleum and natural gas industries —Steel pipes for use as casing or tubing forwells, Ed43..
- [4] V. M. d. Souza, ESTUDO DE SEQUESTRANTES DE H2S PARA SISTEMAS DE PRODUÇÃO DE ÓLEO E GÁS, Rio de Janeiro: Dissertação de Mestrado Apresentada ao Programa de Pós-Graduação da Coppe, 2012.
- [5] M. C. Mendes, EFEITO DA REDUÇÃO DO TEOR DE C SOBRE A RESISTÊNCIA À FLUÊNCIA DE JUNTAS SOLDADAS DE UM AÇO DO TIPO CrMoW(V), Rio de Janeiro: Dissertação de mestrado apresentada a Universidade Federal do Rio de Janeiro ao programa de engenharia metalurgica e de materiais PEMM-COPPE, 2012.
- [6] DAVIS, Joseph R, *ASM Specialty Handbook Heat-Resistant Material*, ASM International, 1997.
- [7] FERREIRA, D. C. F., Efeitos de Diferentes Tratamentos Térmicos na Microestrutura e nas Propriedades Mecânicas de um Aço 9CrMoWVNb. Projeto Final de Curso (Graduação em Engenharia Metalúrgica) –, Rio de Janeiro: Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFRJ, 2010.
- [8] MASUYAMA, F, "History of power plants and progress in heat resistant steels," *The Iron and Steel Institute of Japan*, vol. 41, n. 6, pp. 612-625, 2001.

- [9] TELLES, P.C.S., Tubulações industriais: materiais, projeto e desenho, Rio de Janeiro: 10^a Edição: LTC Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 2001, Reimpressão 2008.
- [10] Cordeiro, W. R, et al., Qualificação de tubos OCTG tubing EUE grau C90 2, fabricados pelo processo de soldagem autógena ERW/HFIW., Rio de Janeiro: 67° Congresso Anual da ABM, 2012.
- [11] R. K. Nichols, *HIGH FREQUENCY WELDING THE PROCESS AND APPLICATIONS*, Thermatool Corp., 1999.
- [12] SILVA, A. L. V. C., MEI, P. R., Aços e ligas especiais. 2 ed., São Paulo: Edgard Blücher, 2006.
- [13] CHIAVERINI, V., Aços e Ferros Fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos. 7 ed., São Paulo: Associação Brasileira de Metalúrgica e Materiais, 2005.
- [14] LIMA, F. B., Microestrutura e Tenacidade de Aços Baixa Liga Tipo 41XX Uma Abordagem Quantitativa. Tese de M.Sc., Rio de Janeiro: COPPE/UFRJ, 2006.
- [15] OLIVEIRA, F.L.G.; ANDRADE, M.S.; COTA, A.B., "Kinetics of Austenite Formation," *Materials Characterization*, vol. 58, pp. 256-261, 2007.
- [16] JACOT, A.; RAPPAZ, M.; REED, R. C., "Modelling of Reaustenitization from the Pearlite Structure in Steel," *Acta Materialia*, vol. 46, pp. 3949-3962, 1998.
- [17] JUDD, R. R.; PAXTON, H. W., "Kinetics of Austenite Formation from a Spheroidized Ferrite-Carbide Aggregate," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 242, pp. 206-215, 1968.
- [18] A. Contreras, A. Albiter, M. Salazar, R. P'erez, "Slow strain rate corrosion and fracture characteristics of X-52 and X-70 pipeline steels," *Materials Science and Engineering A*, vol. 407, p. 45–52, 2005.

- [19] PARKINS, R.; HENTHORNE, M, "Some Aspects of Stress Corrosion Crack Propagation in Mild Steel," *Corrosion*, pp. 357-369, 1966.
- [20] PEULTIER, J., LOJEWSKI, C., BONNEFOIS, B., "SCC Resistance of supermartensitic stainless steels in formation water: Influence of Material Chemical Composition, Welding Parameters and Corrosion Conditions," NACE International, n. 7093, 2007.
- [21] ASTM A 751, Standard Test Methods, Pratices and Terminology for Chemical Analysis of Steel Products.
- [22] ASTM E112-09, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, 2009.
- [23] S. A. d. Souza, Ensaios Mecânicos de Materiais Metálicos, São Paulo: Edgard Blücher, 1982.
- [24] ASTM A 370 11, Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products.
- [25] ASME IX, Qualification Standard for Welding, Brazing, and Fusing Procedures; Welders; Brazers; and Welding, Brazing, and Fusing Operators, 2013.
- [26] Colpaert, Humbertus, Metalografia de produtos siderúrgicos comuns, revisão técnica André Luiz V. da Costa, São Paulo: Blucher, 2008.
- [27] KRAUSS, G, Heat Treatment and Processing Principles. Materials Park, Ohio, ASM International, 1989.
- [28] M. M. B. Lopes, Efeito da fração de martensita na cinética de formação da austenita em um aço baixo carbono. Dissertação de mestrado em engenharia metalúrgica, Ouro Preto: REDEMAT, 2012.
- [29] ZHU L.; WU, D.; ZHAO X., "Modeling of Austenite Decomposition in Low Si-Mn TRIP Steel during Cooling.," *Journal of Iron and Steel Research*, vol. 15, n. 6,

pp. 68-71, 2008.

- [30] S. Morito a, H. Yoshida b, T. Makic, X. Huangd, "Effect of block size on the strength of lath," *Materials Science and Engineering A*, p. 237–240, 2006.
- [31] URBAND, E., MOREY, S., "High Strength Sour Service C110 Casing," em *SPE/IADC Drilling Conference*, Março 1999.
- [32] ASM, I. H. C., ASM Handbook, v., ASM Internationa, 2003.
- [33] S. Maropoulos Æ S. Karagiannis Æ N. Ridley, "Factors affecting prior austenite grain size in low alloy steel," *Springer Science+Business Media*, vol. 42, pp. 1309-1320, 2007.
- [34] ALMEIDA, G.M.R.; DAFÉ, S.S.F.; OLIVEIRA, F.L.G.; COTA, A.B., "Modelagem da Formação Não Isotérmica da Austenita em um Aço de Baixo Carbono," *REM*, vol. 63, n. 2, pp. 293-298, 2010.