

RELAÇÃO ENTRE A MICROESTRUTURA DE AÇOS Cr-Mo E O COMPORTAMENTO EM TESTES DE CORROSÃO SOB TENSÃO – AÇOS C110 – API 5CT

Suellen Silva Sampaio

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Engenheiro.

Orientador:

Luiz Henrique de Almeida

Rio de Janeiro Março de 2013

RELAÇÃO ENTRE A MICROESTRUTURA DE AÇOS Cr-Mo E O COMPORTAMENTO EM TESTES DE CORROSÃO SOB TENSÃO – AÇOS C110 – API 5CT

Suellen Silva Sampaio

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE ENGENHARIA METALÚRGICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO METALÚRGICO.

Examinado por:

Prof. Luiz Henrique de Almeida, D.Sc.

Cesar Afonso Weis Olea, D.Sc.

Leonardo Sales Araujo, D.Sc.

Eng. Daniel Correia Freire Ferreira

RIO DE JANEIRO/ RJ – BRASIL

Março de 2013

Sampaio, Suellen Silva

Relação entre a microestrutura de aços Cr-Mo e o comportamento em testes de corrosão sob tensão – Aços C110 – API 5CT/ Suellen Silva Sampaio. – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2013.

VII, 58 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Luiz Henrique de Almeida

Projeto de Graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/ Curso de Engenharia Metalúrgica, 2013.

Referências Bibliográficas: p. 57-58

1.Aços Cr-Mo. 2.Aços C110. 3.API 5CT. 4.Teste de Corrosão Sob Tensão. 5.Microestrutura.

 I. de Almeida, Luiz Henrique. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia Metalúrgica. III Título.

Dedico este trabalho ao meu fiel companheiro Tarcísio, aos meus pais José Antonio e María Flaviana e a minha irmã Michellen.

Agradecimentos

A Deus, por estar presente em todos os momentos de minha vida e me dar forças para seguir em frente.

Ao professor Luiz Henrique de Almeida, pela orientação, pela amizade, pelos ensinamentos diários e por sempre ter acredito que eu conseguiria concluir o curso de graduação na Universidade Federal do Rio de Janeiro.

A Sonia Lira pela amizade, por todo apoio e ajuda em todos os anos de graduação.

Ao professor Ericksson, meu orientador e amigo pelos conselhos e apoio durante toda caminhada na engenharia metalúrgica.

Ao Daniel pela orientação e por ter me ajudado tanto nessa reta final do projeto.

Aos técnicos Oswaldo e Robson pela ajuda e presteza em todas atividades de laboratório.

Ao Matheus e Gabriela por toda ajuda nos ensaios de microdureza e análise das amostras.

Aos alunos da Metalmat que dividiram tantos sorrisos e dificuldades, e que fizeram todos esses anos de graduação tão especiais, principalmente Bárbara, Clara e Lays.

A todos os colegas e amigos da PROPMEC e MEV por toda ajuda e suporte.

Ao corpo docente do Departamento de Metalurgia e Materiais, que contribuíram imensamente para minha formação acadêmica.

Ao PIBIC, pela ajuda financeira durante o período de iniciação científica.

Aos meus colegas da PETROBRAS por toda força e apoio para concluir o curso de graduação, em especial a minha grande amiga Dalva Coco.

A todos familiares e amigos que de alguma forma contribuíram para a realização deste projeto.

Muito obrigada!

Suellen

Resumo do Projeto de Graduação apresentado à Escola Politécnica/ UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheiro Metalúrgico.

Relação entre a microestrutura de aços Cr-Mo e o comportamento em testes de corrosão sob tensão – Aços C110 – API 5CT

Suellen Silva Sampaio

Março/2013

Orientador: Luiz Henrique de Almeida Curso: Engenharia Metalúrgica

Com a exploração de petróleo em águas profundas e em ambientes altamente corrosivos, é necessário a realização de testes mais específicos, como o de corrosão sob tensão. A classe de aço C110 - API 5CT é utilizada na fabricação de tubos para a indústria do petróleo e possui como requisito de fabricação que estes aços sejam submetidos a estes testes, devendo resistir sob a aplicação de carregamento em ambiente corrosivo por no minimo 720h, sem romper. Os resultados observados nesses ensaios mostram que corpos de prova retirados de diferentes corridas com a mesma rota de processamento apresentam comportamento inesperado, com a ruptura ocorrendo para tempos da ordem de até 330h. O objetivo deste trabalho é verificar diferenças microestruturais entre os corpos de provas que romperam e não romperam durante os testes de corrosão sob tensão, através da análise de inclusões, microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e medida de microdureza. Contatou-se que as amostras possuem um alto grau de bandeamento e foi observada a presença de microestrutura martensítica revenida e ilhas de bainita. As amostras que concluíram o teste possuem uma microestrutua de martensita revenida mais fina com precipitados distribuídos de forma fina e homogênea. Por outro lado, nas amostras que romperam há presença de ilhas de bainita. Os resultados de microdureza na matriz e nas bandas das amostras rompidas e não rompidas, evidenciam o efeito do bandeamento e da microestrutura no comportamento em corrosão sob tensão.

Palavras-chave: aços Cr-Mo, aços C110, API 5CT, teste de corrosão sob tensão, microestrutura

Abstract of Undergraduate Project presented to POLI/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Metallurgical Engineer.

RELATIONSHIP BETWEEN THE MICROSTRUCTURE OF Cr-Mo STEELS AND BEHAVIOR IN STRESS CORROSION CRACKING TESTS – STEEL C110 – API 5CT

Suellen Silva Sampaio

March/2013

Advisor: Luiz Henrique de Almeida Course: Metallurgical Engineering

With oil exploration in deep waters and in highly corrosive environments, it is necessary to carry out specific tests to address issues, such as stress corrosion cracking tests. The steel grade C110 - API 5CT is used in piping for the oil industry and, as a manufacturing requirement, must undergo these tests, where they shall resist under applied load in a corrosive environment for, at least, 720h without breaking. The results obtained from these tests have shown that specimens taken from different heats through same processing route exhibit unexpected behavior, with specimens failing at test times of 330h. The aim of this work is to verify microstructural differences between specimens that failed and those that did not fail during stress corrosion test, through the analysis of inclusions, optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM) and microhardness measurements. The samples presented a high degree of banding and a microstructure composed of tempered martensite and bainite islands. Specimens that didn't fail showed a microstructure of tempered martensite with small and finely dispersed precipitates. Samples that failed exhibited bainite islands. Hardness measurements in the matrix and in the bands highlight the effect of banding and microstructure in stress corrosion behavior.

Keywords: Cr-Mo steels, C110 steels, API 5CT, stress corrosion cracking test, microstructure

ÍNDICE	
II (DICL	

CAPÍTULO	O 1 - INTRODUÇÃO	2
CAPÍTULO	O 2 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1	Aços Cr-Mo	4
2.2	Características da microestrututa Bainítica	4
2.3	Características da microestrututa Martensita Revenida	6
2.4	Efeitos dos elementos de Liga	8
2.5	Segregações e Bandeamento	. 10
2.6	Trabalho a quente e os efeitos na estrutura solidificada	. 13
2.7	Processo de produção Mannesmann	. 14
2.8	Corrosão sob tensão nos aços Cr-Mo	. 16
CAPÍTULO	O 3 - MATERIAIS E MÉTODOS	. 20
3.1.	Material	. 20
3.2.	Ensaio de Corrosão Sob Tensão	. 22
3.3.	Preparação das Amostras para Metalografia	. 23
3.4.	Análise de Inclusões	. 23
3.5.	Microscopia Ótica	. 23
3.5.1.	Caracterização do Bandeamento	. 24
3.6.	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	. 24
3.7.	Ensaios de Microdureza	. 24
CAPÍTULO	O 4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO	. 25
4.1	Análise de Inclusões	. 25
4.2	Microscopia Ótica	. 26
4.3	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	. 34
4.4	Ensaios de Microdureza	. 42
CAPÍTULO	O 5 – CONCLUSÃO	. 54
CAPÍTULO	O 6 – PROPOSTAS DE TRABALHOS FUTUROS	. 56
CAPÍTULO	O 7 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	. 57

CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO

A indústria do petróleo vem enfrentando desafios cada vez mais complexos, como a exploração de petróleo em águas profundas e em ambientes altamente corrosivos. Nestas condições, a integridade dos equipamentos e componentes passa a ser um dos fatores mais estratégicos da operação, sendo necessário a realização de testes mais específicos, como o de corrosão sob tensão.

A corrosão sob tensão foi observada pela primeira vez em dutos de gás natutal em 1960, e desde então, tem sido encontrada em gasodutos em vários países. Aços para tubos são conhecidos por serem suscetíveis a duas formas de corrosão sob tensão, comumente conhecida como pH alto (ou clássica) e pH quase neutro (ou de baixo pH ou não-clássico)[1].

A classe de aço C110 – API 5CT é utilizada na fabricação de tubos para a indústria do petróleo e possui como requisito de fabricação que estes aços sejam submetidos a testes de corrosão sob tensão, devendo resistir à aplicação de carregamento em ambiente corrosivo por no minimo 720h, sem romper. Os resultados observados nesses ensaios mostram que corpos de prova retirados de diferentes corridas com a mesma rota de processamento apresentam comportamento inesperado com a ruptura ocorrendo para tempos da ordem de até 330h. Para isso não há resposta direta baseada na composição química ou aspecto microestrutural por microscopia ótica. Por outro lado, vários trabalhos tem sido realizados para otimizar a rota de fabricação de aço para tubos, com o objetivo de se atingir alta resistência e tenacidade e adequada resistência à corrosão sob tensão[2]. Para se obter estas características é desejável ter uma razão limite de resistência/limite de escoamento elevada, a rota temperada e revenida é a mais promissora para atingir os componentes de resistência mecânica e resistência à corrosão sob tensão[2].

Neste trabalho foram estudadas sete amostras obtidas a partir de tubos sem costura fabricados pelo processo de conformação, conhecido como Mannesmann. Após esta etapa de processo, os tubos são submetidos a uma sequência de tratamentos térmicos, observados durante visita realizada à planta da empresa. Em seguida são retiradas 3 amostras de cada tubo, para fins realização de testes de corrosão sob tensão.

O objetivo deste trabalho é verificar diferenças microestruturais entre os corpos de provas que romperam e não romperam durante os testes de corrosão sob tensão, através da análise de inclusões, microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e medida de microdureza.

Com os resultados obtidos verifica-se que as amostras possuem um alto grau de bandeamento, que é resultado da formação de regiões interdentríticas contendo alto teor de soluto. Foi observada a presença de microestrutura martensítica revenida e ilhas de bainita. Os precipitados possuem uma distribuição mais fina e homogênea nas amostras que concluíram o teste de corrosão sob tensão. As amostras que concluíram o teste possuem uma microestrutua de martensita revenida mais fina. Por outro lado as amostras que romperam o teste há presença de ilhas de bainita, que é prejudicial à resistência à corrosão sob tensão. Os resultados de microdureza na matriz e nas bandas das amostras rompidas e não rompidas, apresentam um quadro bem elucidado do problema.

2.1 Aços Cr-Mo

A grande família dos aços Cr-Mo quando comparados com os aços ao carbono, apresentam ótima tenacidade, resistência a corrosão e comportamento em fluência, além de baixo coeficiente de dilatação térmica. Devido a esta excelente combinação de propriedades mecânicas, estes aços são amplamente usados nas indústrias de refino e petroquímica podendo operar na faixa de 370 a 454°C, em certas aplicações até 650°C. Outro fator interessante para este aço é o seu baixo custo de produção[3][4].

Durante o processo de fabricação, os aços Cr-Mo geralmente são submetidos a tratamentos térmicos de normalização ou recozimento com eventual revenimento posterior. Dependendo do tipo de microestrutura a ser obtida e das propriedades mecânicas exigidas pelo projeto, os aços Cr-Mo podem apresentar microestrutura composta de uma mistura de ferrita com perlita, bainita ou martensita revenida[5].

Particularmente nos aços da classe C100, C105 e C110 são almejados valores próximos a 100% de martensita. Dessa forma, estes são submetidos a tratamentos térmicos de têmpera e revenido[6].

2.2 Características da microestrututa Bainítica

A bainita é um constituinte metaestável que não está previsto no diagrama Fe-C, sendo uma mistura de ferrita e Fe₃C. A formação da bainita é um processo misto que envolve difusão, como ocorre na formação da ferrita e da perlita e forças de cisalhamento análogas às observadas nas transformações martensíticas. Esta miscroestrutura é classificada como superior ou inferior, de acordo com a temperatura na qual é formada. Na figura 2.2.1 observa-se a representação esquemática da formação da bainita[7].

A bainita superior é formada por finas agulhas de ferrita, chamadas de feixes, que crescem em blocos. Dentro de cada feixe as agulhas são paralelas e com idêntica orientação cristalográfica. As agulhas dentro de um feixe são chamadas de subunidades de bainita e são separadas por contornos de baixo ângulo ou por partículas de cementita[7]. A formação da bainita superior envolve dois estágios: no primeiro, ocorre a formação de ferrita e o carbono é rejeitado para a austenita que a envolve, propiciando em um segundo estágio, a precipitação de cementita entre as agulhas de ferrita. O crescimento de cada agulha envolve a deformação em plano invariante, com tensões de cisalhamento análogas às observadas em transformações martensíticas. Estas tensões são absorvidas pela deformação plástica da austenita adjacente, aumentando a densidade de discordâncias e interrompendo o crescimento da agulha de ferrita. Para minimizar a energia de deformação associada a esta transformação, a ferrita cresce em forma de agulhas. Em aços com baixo carbono, a cementita ocorre na forma isolada e, em aços com alto carbono, esta apresenta-se de forma contínua, separando as agulhas de ferrita[7].

A bainita inferior apresenta microestrutura e características cristalográficas semelhantes às da bainita superior. A diferença mais acentuada é que a cementita se precipita entre as agulhas de ferrita e dentro das agulhas de ferrita. Isto porque, em temperaturas menores, a difusão do carbono é reduzida e este não consegue segregar totalmente para a austenita adjacente, ocorrendo também a precipitação dentro da ferrita. Dependendo da temperatura de transformação e da composição química do aço, os carbonetos que precipitam na ferrita nem sempre são de cementita. Os carbonetos precipitados na bainita inferior são mais finos que os da bainita superior, visto que a difusão de carbono é menor em temperaturas menores, dificultando o crescimento e o coalescimento dos carbonetos. Tal fato confere à bainita inferior uma maior tenacidade em relação à bainita superior, visto que as partículas de cementita mais grosseiras da última facilitam a nucleação de trincas[7].



Figura 2.2.1 – Representação esquemática da formação da bainita superior e inferior, adaptado de [7].

2.3 Características da microestrututa Martensita Revenida

Para a classe de material do presente trabalho, alguns autores citam que a propagação da corrosão sob tensão depende, principalmente, da microestrutura do aço e da sua resistência. Materiais com grão de austenita refinado e martensita revenida (> 95%) apresentam melhor desempenho nestas condições.

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)[7].

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[7].

O revenido é o tratamento térmico que normalmente 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. Na figura 2.3.1 observa-se o gráfico de Temperatura X Tempo, onde o produto obtido é a martensita revenida[8].



Figura 2.3.1 – Representação esquemática da formação da martensita revenida, adaptado de [8].

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%[9].

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[9].

Estágio 2 - entre 200 e 300°C quando ocorre a transformação de austenita retida em ferrita e cementita[9];

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[9].

Estágio 3 - entre 250 e 350°C quando ocorre a troca de carbonetos de transição e martensita por ferrita e cementita[9].

2.4 Efeitos dos elementos de Liga

Os efeitos dos elementos de liga nos aços e ligas especiais envolvem não apenas alterações nas fases ou constituintes presentes em equilíbrio, mas também na maneira e velocidade com que estas fases se formam. Naturalmente, a presença de elementos de liga pode, além disso, alterar as próprias caraterísticas das fases presentes[7].

Os elementos de liga dos aços podem ser classificados em dois tipos: estabilizadores da austenita **austenitizantes** e estabilizadores da ferrita **ferritizantes**.

- Austenitizantes aumentam o campo de estabilidade da austenita, pela diminuição da temperatura de transformação austenita γ → α e aumento da temperatura de transformação γ → δ. A este grupo pertencem importantes elementos de liga nos aços, como Níquel, Carbono, Manganês e Cobalto[7].
- Ferritizantes, em sua grande parte, restringe a formação da austenita, favorecendo a expansão do campo ferrítico, aumentando a temperatura eutetóide. A este grupo pertencem os elementos Silício, Alumínio, Berílio e Fósforo, além dos elementos fortemente formadores de carbonetos, como Titânio, Vanádio, Molibdênio e Cromo[7].

Na figura 2.4.1 pode ser observada a influência dos elementos de liga, austenitizantes e ferritizante, na temperatura de transformação eutetóide.



Figura 2.4.1 –Influência dos elementos de liga, austenitizante e ferritizante, na temperatura de transformação eutetóide, adaptado de [10].

Adições suficientes de alguns elementos de liga como manganês[Mn], cromo[Cr], molibidênio[Mo], niquel[Ni], titâneo[Ti], vanádio[V] e nióbio[Nb] são necessárias para fornecer características de temperabilidade adequadas[6].

Os elementos de liga são responsáveis pelo endurecimento ou pela estabilização dos mecanismos de endurecimento do aço Cr-Mo. A seguir estão expostas algumas características dos principais elementos presentes no aço do presente trabalho.

Carbono

O carbono é um elemento austenitizante e formador de precipitados – carbonetos com vanádio, nióbio, titânio, tântalo e outros elementos. O carbono em maiores teores, em geral, aumenta a resistência mecânica e a dureza do aço, mas compromete a sua tenacidade e sua soldabilidade[11].

Molibdênio

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[11].

Cromo

O Cromo é um elemento ferritizante e essencial para aços resistentes às altas temperaturas de trabalho. Com aumento do teor de cromo ocorre um aumento nas resistências à oxidação e à corrosão. A resistência à oxidação tem um crescimento elevado para aços com teores de 12% ou mais de cromo. Neste caso, para garantir uma estrutura 100% martensítica, o elevado teor de cromo deve ser balanceado com elementos austenitizantes[11].

Manganês e Níquel

O manganês e o níquel são elementos austenitizantes, que em teores crescentes, abaixam a temperatura eutetóide. O níquel, assim como o manganês, diminui consideravelmente a temperatura Ac1, impedindo a estabilização da microestrutura através de um revenimento a alta temperatura[11].

2.5 Segregações e Bandeamento

O principal objetivo dos processos de fabricação de aços, do ponto de vista da microestrutura, é a minimização de impurezas e o balanceamento da composição química. Durante a solidificação do aço em lingotes ocorre a formação de heterogeneidades na composição química – segregação – o que pode afetar de forma decisiva a qualidade do produto final [9].

As várias maneiras com que os elementos solutos são distribuídos na estrutura solidificada é resultado das segregações, sendo mínima a probabilidade dos elementos estarem distribuídos de maneira uniforme. A composição do metal ou liga varia de local para local no produto fundido, o desvio da composição nominal em um determinado local em um produto solidificado é a imperfeição chamada de segregação[9].

Este fenômeno pode resultar na alteração da composição química desde da espessura da parede até a extremidade final do tubo, produzido a partir de placas ou lingote. Segregação significativa pode causar uma microestrutura não homogênea, o que é prejudicial à resistência à corrosão sob tensão[6].

Há dois tipos de segregação, normalmente classificados como microsegregação e macrosegregação. A primeira é um fenômeno que ocorre em pequena escala da ordem do tamanho de grão e a segunda é um fenômeno de longo alcance e pode resultar de variações que ocorrem no líquido antes da frente de solidificação, ou então ser resultante do movimento do líquido na zona pastosa situada na interface da frente de solidificação[9].

No presente trabalho o tipo de microsegregação de interesse é a segregação interdendrítica, a qual favorece uma variação de concentração de soluto entre o centro e a região externa da ramificação dentrítica.[9] Na figura 2.5.1 pode-se observar o esquema da solidificação dentrítica, onde a região escura representa a concentração de solutos que foram rejeitados pelo sólido[12].



Figura 2.5.1 – Representação esquemática da solidificação dendrítica, onde a região escura representa a concentração de solutos que foram rejeitados pelo liquido, adaptado de[12].

A natureza dendrítica do processo de solidificação de aços conduz a uma microsegregação de impurezas e elementos de liga. Uma das maiores consequências desta microsegregação é a formação de estruturas bandeadas nos produtos de aço forjado. Tal fenômeno de bandeamento têm sido amplamente estudado em aços hipoeutetóides e escassamente estudado em aços hipereutetóides[13].

O aço de estudo do presente trabalho é hipoeutetóide, cujo teor de carbono é de 0,35%. Na figura 2.5.2 observa-se no diagrama Fe-C o desenvolvimento da microestrutura do aço ao longo da temperatura.



Figura 2.5.2 –Diagrama Fe-C mostrando o desenvolvimento da microestrutura do aço ao longo da temperatura.

A microestrutura comumente encontrada no bandeamento é a ferrita/perlita (f/p), que ocorre largamente nos aços carbono e nas ligas de aço AISI resfriadas lentamente. Nessas estruturas, há uma disposição longitudinal da micrografia alternando bandas de ferrita e perlita alinhadas na direção de deformação dos produtos de aço forjado[13].

As microestruturas bandeadas são resultado da microsegregação de alguns elementos, X, no aço hipoeutetóide Fe-C-X. Essa microsegregação é produzida pelo modo de crescimento dendrítico dos aços durante a solidificação. A solidificação dentrítica é quase sempre causada pela concentração do elemento X em regiões interdentríticas (IRs), deixando as regiões dendríticas (DRs) com concentração mais baixa do elemento X, a diferença de concentração será chamada de microsegregação dentrítica[13].

A microestrutura fina de aços temperados não pode ser diretamente revelada usando microscópio ótico e microscopia eletrônica de varredura. No entanto, por meio destas técnicas e com informações úteis sobre a uniformidade da microestrutura e sua distribuição de precipitação grosseira, e conhecida a microestrutura existente. A microestrutura bandeada pode ser revelada usando ataque seletivo. O bandeamento é resultado da formação de regiões interdentríticas contendo alto teor de soluto, devido à rejeição de C, Mn, P, etc, onde são formadas as primeiras dentritas durante a solidificação. A sequência de laminação a quente leva a estas regiões possuírem alto teor de soluto[2][13].

Quando o bandeamento está presente ele é mais evidente perto da superfície interna dos tubos sem costura, que é a região correspondente a zona central do tarugo cilindrico antes da laminação à quente[2].

2.6 Trabalho a quente e os efeitos na estrutura solidificada

O aço fundido, contendo inclusões residuais oriundas do processo de fabricação, microestruturas dendríticas, variações químicas associadas às segregações interdentríticas e porosidade produzida nos estágios de solidificação, constituem as condições iniciais para o trabalho à quente e a incorporação do bandeamento nos produtos do aço[12].

A laminação à quente alinha as variações interdentríticas paralelas à direção de laminação, produzindo regiões alternadas de alta e baixa concentração dos vários elementos do soluto. Elementos substitucionais, com baixo coeficiente de difusão respondem mais lentamente aos efeitos de homogeneização do trabalho à quente. Com o advento da análise da microscopia eletrônica e da microscopia eletrônica de varredura (MEV) equipados com espectrômetros de comprimento de onda dispersivo, variações em concentrações de elementos de liga como função da distância entre as seções longitudinais podem ser quantitativamente estabelecida[12].

Alguns produtores de aços tipo C100, C105 e C110 utilizam práticas metalúrgicas para obter um grão refinado. A agitação da panela é empregada para homogeneizar a temperatura de fusão e a composição, bem como reduzir a quantidade de inclusões não-metálicas. O cálcio é, por vezes, adicionado à panela enquanto o metal estiver fundido, a fim de controlar a forma de qualquer inclusão não-metálica

remanescente. Este esferoidiza os sulfetos de magnésio (MnS) remanescentes e reduz a sua tradicional forma alongada. O MnS tem um efeito deletério sobre a resistência à corrosão sob tensão. O fósforo (P) também é considerado prejudicial. A combinação de vazamento contínuo e o controle da forma das inclusões reduz a tendência de se obter uma microestrutura alongada que é a ocorrência natural dos contituintes oriundos de trabalho à quente e minimiza a anisotropia do material. Esse é o fator chave para melhorar a resistência à corrosão sob tensão. Pesquisadores têm mostrado que o tamanho do grão da austenita prévia também afeta a resistência à corrosão sob tensão. Um material com grãos grosseiros é mais suscetível a fraturar. O tamanho de grão é controlado através da utilização de procedimentos adequados de metalurgia de panela e controle adequado de temperatura de fundição. O tratamento térmico também deve ser controlado de modo a minimizar o crescimento do grão[6].

2.7 Processo de produção Mannesmann

O processo de produção por tubo penetrante rotativo ("Rotary tube piercing"), também conhecido como processo Mannesmann, consiste da fabricação de tubos sem costura longos e de paredes espessas por meio da deformação a quente dos mesmos; dentre os materiais constituintes desses tubos, menciona-se aços, alumínio, bronze, cobre e outros. Ao ser submetido a tensões cíclicas de compressão, uma barra arredondada começa a desenvolver no centro da sua seção transversal, uma cavidade – e é justamente tal aspecto que é explorado na confecção dos tubos. Assim, no processo, o tubo é submetido a tais tensões e aquecido a fim de diminuir o limite de escoamento e facilitar a deformação; em seguida, com o auxílio de rolos posicionados de forma oblíqua, é rotacionado e empurrado contra um mandril graças à componente axial presente no movimento dos rolos[14].

O mandril apresenta, em sua extremidade, formato adequado para explorar da melhor maneira a cavidade formada na barra devido à aplicação da tensão e, a partir dela, retirar material para formar o tubo. O mandril pode permanecer fixo durante o processo de retirada de material do tubo ou pode se movimentar conforme as necessidades surgidas durante o processo. Um aspecto de destaque a cerca deste processo é a velocidade com que se fabrica tubos: a produção de tubos de até 150 mm de diâmetro e comprimento de 12 metros dura cerca de 30 segundos. Na produção de

tubos de diâmetros maiores (até 350 mm), faz-se necessário empregar duas operações de perfuração[14].

É importante que a matéria prima utilizada na produção de tubos a partir desse processo apresente baixa quantidade de defeitos e seja de alta qualidade, já que grandes deformações estão envolvidas no processo[14].



Figura 2.7.1 – Laminador Mannesmann, adaptado de [14].

2.8 Corrosão sob tensão nos aços Cr-Mo

Para os aços C110 a melhoria na resistência da corrosão sob tensão é obtida através da adição de microligantes combinados com múltiplos tratamentos térmicos.

Trabalhos anteriores mostraram que a resistência à corrosão sob tensão nos aços de baixa liga é melhorada a partir de:

- têmpera do aço com uma microestrutura totalmente martensítica;
- revenido a uma temperatura elevada;
- obter um grão de austenita prévia refinado.

O aço deverá ter temperabilidade suficiente para conseguir uma microestrutura completamente martensítica com uma espessura fina de parede, pois a presença de frações elevadas de bainita superior na microestrutura do aço aumenta a suscetibilidade a corrosão sob tensão[2].

Na corrosão sob tensão, tem-se a deterioração de materiais devido à ação combinada de tensões residuais ou aplicadas e meios corrosivos. Quando é observada a fratura de materiais, ela é chamada de corrosão sob tensão fraturante (Stress Corrosion Cracking). Há uma ação sinérgica da tensão e do meio corrosivo, ocasionando fratura em um tempo mais curto do que a soma das ações isoladas de tensão e da corrosão. Na corrosão sob tensão tem-se solicitações estáticas[15].

As tensões residuais que causam corrosão sob tensão são geralmente provenientes de operações de soldagem e deformações a frio, como estampagem e dobramento. As tensões aplicadas são decorrentes de condições operacionais como, por exemplo, pressurização de equipamentos. Nestes casos, o material fratura, sob uma tensão nominal dentro da zona elástica caracterizada pela parte retilínea na figura 2.8.1. Uma característica importante da corrosão sob tensão é que não se observa praticamente perda de massa do material, este permanece com bom aspecto até que ocorra a fratura [15].



Figura 2.8.1 - Curva típica tensão *versus* deformação. LE: limite de escoamento; X, ponto de ruptura do material na ausência de meio corrosivo; ⊕ ponto de ruptura do material na presença de meio corrosivo, adaptado de [15].

A resistência à corrosão sob tensão é função tanto do material como do meio ambiente. Há quatro fatores que mais contribuem para a ocorrência de corrosão sob tensão. Segundo [6], são:

- Absorção de uma quantidade significativa de H + do ambiente;
- Tensão de ruptura com magnitude suficiente;
- Propriedades metalúrgicas do aço suscetíveis;
- Tempo.

O ensaio NACE TM 01-77 método A e D são os testes mais usados para avaliar a resistência à corrosão sob tensão de aços para frabricação de tubos. Os resultados provenientes destes testes são dependentes das características do material (composição química, microestrutura, propriedades mecânicas, etc.) e variáveis associadas ao teste (distribuição da tensão, presença de trincas, tempo de teste, entre outras)[2].

Para o teste de tração NACE (método A), os resultados são determinados pela fase de iniciação da trinca. A figura 2.8.2 mostra uma relação entre o percentual de falha e a máxima dureza do material. Há uma baixa resistência à corrosão sob tensão quando os valores de dureza são maiores do que 29 Rockwell C[2].



Figura 2.8.2 – Efeito da dureza do material na perecntagem de falhas, adaptado de [2].

A dureza final após o revenimento do aço C110 é geralmente limitada a um valor máximo de 30 Rockwell C em conformidade com a NACE MR0175-98 [6].

Precipitados finos e dispersos, com morfologia esférica, apresentam melhores resultados quanto à resistência à corrosão sob tensão[2].

Componentes fundidos e tubos devem ser fabricados a partir de aços baixa liga Cr-Mo (AISI 41XX e modificações). Eles só são aceitos na condição temperado e revenido. Esta exigência é baseada em muitos estudos que indicam que o tipo de aço Cr-Mo temperado e revenido oferece maior resistência à corrosão sob tensão comparado com o aço C-Mn mais tradicional[6].

A seguir estão listados alguns fatores metalúrgicos que podem afetar a suscetibilidade à corrosão sob tensão dos produtos dos aços C90, T95, C100, C105 e C110[6].

- Anisotropia : o aumento da anisotropia aumenta a suscetibilidade;
- <u>Trabalho à frio</u>: o aumento do trabalho à frio aumenta a suscetibilidade;
- <u>Temperabilidade</u>: componentes que foram submetidos a um tratamento térmico de têmpera e revenido possuem menor suscetibilidade;

- <u>Dureza</u>: o aumento da dureza aumenta a suscetibilidade;
- <u>Microestrutura</u>: o aumento da uniformidade e do percentual de martensita reduzem a suscetibilidade;
- <u>Tamanho de grão:</u> a redução do tamanho de grão reduz a suscetibilidade;
- <u>Inclusões não-metálicas:</u> redução da concentração de S e P reduz a suscetibilidade;
- <u>Tensões residuais:</u> o aumento das tensões residuais aumenta a suscetibilidade;
- <u>Tensão de ruptura:</u> o aumento da tensão de ruptura aumenta a suscetibilidade
- <u>Temperatura do revenimento:</u> um revenimento a temperatura elevada reduz a suscetibilidade.

3.1. Material

O material utilizado neste trabalho consiste em um aço Cr-Mo C110 – API 5 CT, utilizado para a fabricação de tubos para a indústria de petróleo. O limite de escoamento para este material é da ordem de 110 ksi (758 MPa). A composição química obtida da API 5CT está mostrada na tabela 3.1.1.

Tabela 3.1.1 - Composição química do aço em estudo fornecido pela API, fração mássica (%)[16].

Aços		C (%)	Mn (%)	Mo(%)	Cr(%)	Ni (%)	P (%)	S (%)
C110	mín	-	-	0,25	0,40	-	-	-
	máx	0,35	1,20	1,00	1,5	0,99	0,020	0,005

Os tubos sem costura são fabricados a partir do processo de laminação, conhecido como Mannesmann. Em seguida, são submetidos a uma sequência de tratamentos térmicos, observados durante visita realizada à planta da empresa. De uma dada corrida foram selecionados 10 tubos, onde foram realizados ensaios mecânicos, que tem por finalidade selecionar o tubo que apresentar maior limite de escoamento.

A partir do tubo selecionado são retiradas 3 amostras da ponta (PT) ou pé (PE), com o intuito de não ser alterado o comprimento final. A distância entre cada amostra é de 120°, como mostra a figura 3.1.1.



Figura 3.1.1 - Localização das amostras para o Teste de Corrosão Sob Tensão.

As amostras foram identificadas como mostrado na Tabela 3.1.2. Os termos rompido ou concluído indicam se o material que rompeu ou não durante o teste de corrosão sob tensão.

Tubo	Corpos de Prova	Tempo de teste	Avaliação
	222.1	330	rompido
312 PT	222.2	330	rompido
	222.3	720	concluído
	27.1	697	rompido
346 PT	27.2	697	rompido
	27.3	720	concluído
12 PE	23.6	720	concluído

Tabela 3.1.2 – Nomenclatura e Controle de Amostras.

A rota do processo para aprovação ou não de uma corrida, após o teste de corrosão sob tensão, pode ser observada no fluxograma abaixo.



Figura 3.1.2 - Fluxograma de uma corrida utilizando o ensaio de corrosão sob tensão.

3.2. Ensaio de Corrosão Sob Tensão

Devido ao aço Cr-Mo C110 – API 5 CT ser largamente utilizado na indústria do petróleo, alguns testes são exigidos pelo controle de qualidade das empresas petrolíferas e, um destes, é o ensaio de corrosão sob tensão, que obedece às especificações contidas na norma NACE TM 01-77 Section 8: Method A [17].

Method A—NACE Standard Tensile Test, é um método para avaliar a resistência dos metais a corrosão sob tensão em um ambiente corrosivo definido, submetidos a uma carga de tração uniaxial constante. Este teste utiliza amostras simples, sem entalhe e com um estado de tensões bem definido. A suscetibilidade à corrosão sob tensão é determinada pelo tempo de falha. Os corpos de prova do teste de tração são submetidos a uma carga específica, fornecendo um resultado de falha ou não falha. Quando vários corpos de prova são testados em diferentes níveis de tensão, pode ser obtido um limiar de estresse aparente [17].

As amostras analisadas neste trabalho foram testadas à temperatura ambiente e pressão atmosférica. As dimensões dos corpos de provas para o ensaio de corrosão sob tensão podem ser observadas na figura 3.2.1[17].



Dimension	Standard	Subsize
	tensile test specimen	tensile test specimen
D	6.35 ±0.13 mm (0.250 ±0.005 in)	3.81 ±0.05 mm (0.150 ±0.002 in)
G	25.4 mm (1.00 in.)	15 mm (0.60 in.)
R (min.)	15 mm (0.60 in.)	15 mm (0.60 in.)

Figura 3.2.1 – Dimensões do corpo de prova de tração [17].

3.3. Preparação das Amostras para Metalografia

A preparação de amostras para observação das microestruturas obtidas foi realizada no Laboratório de Preparação do DEMM. As amostras para análise microestrutural foram obtidas a partir dos corpos de prova utilizados no Ensaio de Corrosão Sob Tensão.

As amostras foram embutidas em resina epoxy e baquelite. Em seguida, passaram pelas etapas de lixamento com as lixas 100, 220, 320, 400, 600, 1200, 2400 e polimento, em panos com pasta de diamante de 6 μ m, 3 μ m e 1 μ m. O material e o embutimento não apresentaram problemas nas etapas de lixamento e polimento.



Figura 3.3.1 - Cortes das amostras para metalografia.

3.4. Análise de Inclusões

Para análise de inclusões as amostras foram observadas em microscópio ótico Olympus GX 71 com objetivas de 5x, 20x e 50x sem ataque químico. Foram capturadas em média 6 imagens de cada amostra, em pelo menos 3 campos diferentes, e as inclusões foram classificadas conforme a ASTM E45[18].

3.5. Microscopia Ótica

Após o preparo das superfícies, as amostras (sem ataque químico) foram observadas no microscópio Olympus GX 71, fins analisar o tipo e a distribuição de precipitados, utilizando a norma ASTM E45 como referência. Após obter as imagens necessárias, as amostras foram atacadas utilizando o reagente Nital 2%, cuja composição está indicada a seguir.

3.5.1. Caracterização do Bandeamento

As amostras foram atacadas com solução de Nital 2% e observadas em microscópio ótico em relação à distribuição das regiões segregadas (bandeamento). Foram capturadas em média 8 imagens de cada amostra com os aumentos de 50x, 100x, 200x e 1000x.

3.6. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Com o objetivo de verificar a distribuição dos precipitados no interior e ao longo dos contornos de grão, as amostras foram observadas no MEV (equipamento MEV JEOL JSM-6460LV). Também foi realizada uma caracterização microestrututal dentro e fora das regiões de segregação (bandas). No MEV foram obtidas em média 6 imagens de cada amostra.

3.7. Ensaios de Microdureza

As amostras foram avaliadas em relação à microdureza em diferentes regiões para evidenciar a existência de variações de dureza relacionadas às variações microestruturais. Elas foram atacadas com solução de Nital 2% para que as regiões de segregação (bandas) fossem evidenciadas.

Os ensaios de microdureza Vickers com carga de 50 gramas, foram realizados no equipamento ZWICK/ROELL Identec, no Laboratório de Propriedades Mecânica da UFRJ, da seguinte forma: em média 4 indentações na região da banda de segregação e 4 indentações na região fora da banda de segregação, dividida em 3 regiões distintas da peça, conforme ilustra a figura abaixo. As medidas foram realizas utilizando o microscópio ótico, fins obter maior precisão nas medições.



Figura 3.7.1 – Esquema do posicionamento das medidas de microdureza, a região escura refere-se a banda e a região clara refere-se área fora da banda (matriz).

4.1 Análise de Inclusões

Analisando a distribuição das inclusões das amostras sem ataque químico, verifica-se que estão distribuídos de forma uniforme e, praticamente, todas as inclusões estão enquadradas no tipo D – Óxido, da norma ASTM E45. Devido o material possuir uma composição química controlada, é razoável haver pouca variação na distribuição das inclusões. Segue abaixo algumas das imagens das amostras analisadas.



Figura 4.1.1 – Imagem do Microscópio Ótico com aumento de 100X da peça 222_2 rompido (A); peça 222_3 concluído(B); peça 27_2 rompido (C); peça 27_3 concluído(D).

4.2 Microscopia Ótica

Realizando ataque químico das amostras com o reagente Nital 2%, este revelou uma microestrutura bandeada. O fenômeno de bandeamento é resultado da rota de processamento, onde a austenita é resfriada rapidamente dando origem as microestruturas bainítica e martensítica, como discutido na seção 2.5.

Analisando as imagens do microscópio ótico, verifica-se que a microestrutura predominante na banda e na matriz é de martensita revenida. As amostras que romperam no teste de corrosão sob tensão possuem uma banda ligeiramente mais fina que as amostras que concluíram o teste.

No material de estudo as bandas estão paralelas ao eixo longitudinal das amostras.

A presença de bandeamento é prejudicial, pois a dureza local pode aumentar [2].



Figura 4.2.1 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 222_1 (rompida) atacada com Nital 2% com aumentos de 50x (A), 200x (B) e (C), 500x (D) e (E), 1000x (F).



Figura 4.2.2 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 222_2 (rompida) atacada com Nital 2% com aumentos de 50x (A), 200x (B) e (C), 500x (D) e (E), 1000x (F).



Figura 4.2.3 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 222_3 (concluída) atacada com Nital 2% com aumentos de 50x (A), 200x (B) e (C), 500x (D) e (E), 1000x (F).



Figura 4.2.4 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 27_1 (rompida) atacada com Nital 2% com aumentos de 50x (A), 200x (B) e (C), 500x (D) e (E), 1000x (F).



Figura 4.2.5 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 27_2 (rompida) atacada com Nital 2% com aumentos de 50x (A), 200x (B) e (C), 500x (D) e (E), 1000x (F).



Figura 4.2.6 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 27_3 (concluída) atacada com Nital 2% com aumentos de 50x (A), 200x (B) e (C), 500x (D) e (E), 1000x (F).



Figura 4.2.7 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 23_6 (concluída) atacada com Nital 2% com aumentos de 50x (A), 200x (B) e (C), 500x (D) e (E), 1000x (F).

4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Embora seja necessário um estudo mais sistemático, pode-se observar uma distribuição mais fina e homogênea de precipitados nas amostras que **concluíram** o teste de corrosão sob tensão, conforme figura 4.3.7 (F).

Nas amostras que **romperam**, há presença de uma microestrutura mais grosseira e precipitados distribuídos de forma não homogênea, conforme figura 4.3.5 (E). Nas imagens 4.3.1 (E) e (F) podem ser verificadas ilhas de bainita.

Foi possível constatar que as diferenças microestruturais foram mais marcantes entre a região da banda e da matriz das amostras que romperam, conforme a figura 4.3.1 (amostra 222_1). Nas amostras que concluíram o teste, essa diferença microestrutural não é evidente, conforme figuras 4.3.3 (amostra 222_3) e 4.3.7 (amostra 23_6).

Em algumas amostras é possível identificar 2 regiões distintas: uma região clara que corresponde as bandas e uma região escura que corresponde a matriz.



Figura 4.3.1 – Imagens do MEV da amostra 222_1 (rompida) atacada com Nital 2% com aumentos de 200x (A), 500x(B), 2000x (C) e (E) e 4000x (D) e (F). A marcação corresponde as ilhas de bainita.



Figura 4.3.2 – Imagens do MEV da amostra 222_2 (rompida) atacada com Nital 2% com aumentos de 400x (A), 1000x (B), 2000x (C) e (E) e 4000x (D) e (F).



Figura 4.3.3 – Imagens do MEV da amostra 222_3 (concluída) atacada com Nital 2% com aumentos de 400x (A), 2000x (B), (C) e (E) e 4000x (D) e (F).



Figura 4.3.4 – Imagens do MEV da amostra 27_1 (rompida) atacada com Nital 2% com aumentos de 500x (A) e (B), 2000x (C), (D) e (E) e 4000x (F)



Figura 4.3.5 – Imagens do MEV da amostra 27_2 (rompida) atacada com Nital 2% com aumentos de 2000x (A) e (C) e 4000x (B), (D) e (E).



Figura 4.3.6 – Imagens do MEV da amostra 27_3 (concluída) atacada com Nital 2% com aumentos de 2000x (A) e (C) e 4000x (B), (D) e (E).



Figura 4.3.7 – Imagens do MEV da amostra 23_6 (concluída) atacada com Nital 2% com aumentos de 200x (A), 500x (B), 2000x (C) e (E) e 4000x (D) e (F).

4.4 Ensaios de Microdureza

Analisando os valores obtidos nos ensaios de microdureza, é possível constatar que as amostras que romperam no teste de corrosão sob tensão possuem valor de dureza na banda e na matriz superiores que as amostras que concluíram o teste.

As amostras que conluíram o teste de corrosão sob tensão possuem valores de microdureza na banda e na matriz relativamente próximos.



Figura 4.4.1 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 222_1 (rompida) atacada com Nital 2% com as indentações de microdureza.



Figura 4.4.2 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 222_2 (rompida) atacada com Nital 2% com as indentações de microdureza.



Figura 4.4.3 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 222_3 (concluída) atacada com Nital 2% com as indentações de microdureza.



Figura 4.4.4 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 27_1 (rompida) atacada com Nital 2% com as indentações de microdureza.



Figura 4.4.5 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 27_2 (rompida) atacada com Nital 2% com as indentações de microdureza.



Figura 4.4.6 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 27_3 (concluída) atacada com Nital 2% com as indentações de microdureza.



Figura 4.4.7 – Imagens do Microscópio Ótico da amostra 23_6 (concluída) atacada com Nital 2% com as indentações de microdureza.

Os valores de microdureza, referente as indentações das amostras analisadas, estão expostos nas tabelas 4.1.1, 4.1.2 e 4.1.3. Para cada amostra há 2 colunas representando as durezas na banda e na matriz, e ao final da tabela encontra-se a média e o desvio padrão de cada coluna.

Nas tabelas 4.1.1 e 4.1.2 as médias dos valores de microdureza na banda das amostras rompidas são superiores que as médias dos valores na banda das amostras concluídas. Não há diferença significativa entre os valores de desvio padrão dentro e fora da banda e entre as amostras rompidas e concluídas.

A amostra 23_6 faz parte de um grupo em que todas as amostras foram aprovadas no teste de corrosão sob tensão, ou seja, foram concluídas. A média dos valores de microdureza da amostra 23_6 está próxima da média dos valores de microdureza das amostras 222_3 e 27_3.

A figura 4.4.8 apresenta a diferença dos valores de microdureza dentro (pontos em azul) e fora da banda (pontos em vermelho) de cada amostra. Para as amostras que romperam no teste essa diferença é maior que para as amostras que concluíram o teste.

Na tabela 4.4.4 observa-se que a razão entre as microdurezas das amostras que romperam o teste é superior que a razão das amostras que não romperam durante o teste.

De acordo com a literatura, a dureza final após o revenimento do aço C110 é geralmente limitada a um valor máximo de 30 Rockwell C (302 Vickers) em conformidade com a NACE MR0175-98 [6].

	222_1 (rompido)		222_2 (I	compido)	222_3 (concluído)		
	Banda	Matriz	Banda	Matriz	Banda	Matriz	
	400,68	360,84	387,73	342,42	329,78	301,79	
	392,29	355,62	431,01	352,58	330,22	295,06	
	385,22	374,22	445,87	352,97	345,75	307,66	
	394,58	365,63	423,19	358,57	340,00	302,44	
	399,45	372,85	431,54	348,44	324,38	298,50	
	458,37	321,74	387,64	359,13	356,72	309,43	
	381,45	339,53	396,21	347,44	356,70	336,58	
	437,49	335,17	446,44	342,43	359,20	302,39	
	409,43	321,24	439,54	389,33	358,16	324,72	
	413,00	337,53	454,24	376,08	339,99	313,26	
	392,99	330,29					
	402,63	327,53					
	416,68	323,80					
	398,83	350,66					
Média	405,9	344,0	424,3	356,9	344,1	309,2	
Desvio Padrão	20,69	19,01	25,06	15,06	13,19	12,78	

Tabela 4.4.1 – Microdureza das peças 222_1, 222_2 e 222_3 na banda e na matriz.

	27_1 (rompido)		27_2 (r	ompido)	27_3 (concluido)		
	Banda	Matriz	Banda	Matriz	Banda	Matriz	
	396,00	363,90	371,68	313,58	317,18	316,49	
	396,21	352,86	343,42	309,02	348,13	286,31	
	408,61	332,11	348,47	328,03	345,70	326,49	
	377,55	341,78	390,38	333,02	347,44	337,06	
	401,37	363,47	396,69	333,06	347,43	321,50	
	437,11	337,40	383,54	322,97	336,21	326,83	
	423,75	359,65	393,60	349,89	376,34	362,84	
	395,78	353,12	394,18	369,32	361,19	303,71	
	453,83	364,18			359,28	347,79	
	445,29	347,12					
	416,03	352,57					
Média	413,8	351,7	377,7	332,4	348,8	325,4	
Desvio Padrão	23,85	11,04	21,20	19,56	16,56	22,74	

Tabela 4.4.2 – Microdureza das peças 27_1, 27_2 e 27_3 na banda e na matriz.

Tabela 4.4.3 – Microdureza da peça 23_6 (concluído) na banda e na matriz.

	23	6_6
	Banda	Matriz
	389,55	353,96
	343,47	337,86
	318,31	313,08
	370,26	354,20
	377,15	342,04
	341,02	352,14
	335,51	329,68
	348,81	352,58
Média	353,0	341,9
Desvio Padrão	23,84	14,70



Figura 4.4.8 – Gráfico dos valores de microdureza na banda e na matriz de todas as amostras analisadas.

	rompidas				co	oncluídas	
Amostras	222_1	222_2	27_1	27_2	222_3	27_3	23_6
razão entre as microdurezas	1,18	1,19	1,18	1,14	1,11	1,07	1,03

Tabela 4.4.4 - Razão dos valores de microdureza dentro da banda das amostras.

No presente trabalho foram analisadas amostras de corpos de prova do aço C110 que romperam e não romperam durante o teste de corrosão sob tensão, a fim de investifigar as diferenças microestruturais que justifiquem tal comportamento. Através da análise de inclusões, microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e medidas de microdureza.

Com os resultados obtidos foi possível concluir que:

- As inclusões não-metálicas estão distribuídos de forma uniforme e, praticamente todas as inclusões estão enquadradas no tipo D – Óxido, da norma ASTM E45. Em função do material possuir uma composição química controlada, é razoável haver pouca variação na distribuição das inclusões. Portanto esse aspecto metalúrgico não influencia os resultados dos testes de corrosão sob tensão.
- As amostras foram submetidas a tratamentos térmicos de têmpera e revenido, desta forma é verificada a presença predominante de microestrutura martensíta revenida. Essa condição fornece ao material uma menor suscetibilidade à corrosão sob tensão.
- 3. As amostras possuem um alto grau de bandeamento, que é resultado da formação de regiões interdentríticas contendo alto teor de soluto. As amostras que romperam no teste de corrosão sob tensão possuem uma banda ligeiramente mais fina que as amostras que concluíram o teste.
- 4. Os precipitados possuem uma distribuição fina e homogênea nas amostras que concluíram o teste o que, de acordo com a literatura, apresenta melhor resultado quanto a resistência à corrosão sob tensão.
- 5. As amostras que concluíram o teste possuem uma microestrutura mais fina, característica da fase martensita. Nas amostras que romperam há ainda presença de microestrura bainítica, que é prejudicial à resistência à corrosão sob tensão. De acordo com a literatura, materiais com grão de austenita refinado e martensita revenida (> 95%) apresentam melhor desempenho quanto a resistência à corrosão sob tensão.

- 6. As amostras que romperam no teste possuem um valor de dureza na banda de 337,7 a 424,3 Vickers e na matriz de 332,4 a 356,9 Vickers, superior as amostras que concluíram, que possui dureza na banda de 341,1 a 353,8 Vickers e na matriz de 309,2 a 341,9 Vickers. A razão entre as microdurezas das amostras que romperam no teste de corrosão sob tensão é superior à razão das amostras que não romperam. Estes resultados caracterizam uma diferença bem distinta dos valores de dureza das amostras que romperam e não romperam.
- 7. Na literatura, a dureza final após o revenimento do aço C110 é geralmente limitada a um valor máximo de 30 Rockwell C (302 Vickers) em conformidade com a norma NACE MR0175-98. Nas amostras analisadas foram encontrados valores de dureza na banda e na matriz superiores ao valor máximo limitado para o aço C110.

CAPÍTULO 6 – PROPOSTAS DE TRABALHOS FUTUROS

No presente trabalho o fenômeno de bandeamento foi analisado de forma qualitativa. A realização de teste para verificar a composição química e o estudo do bandeamento, através do cálculo da largura das bandas, poderia ser melhor explorado, a fim explicar de forma quantitativa este fenômeno.

Nas amostras que romperam no teste de corrosão sob tensão foram encontradas ilhas de bainita, nas imagens obtidas em MEV. A análise destas amostras em MET (Microscopia Eletrônica de Transmissão) pode evidenciar a diferença microestrutural entre a fase martensita e a fase bainita. As amostras que concluíram o teste também podem ser analisadas em MET, procurando identificar os precipitados.

CAPÍTULO 7 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] ELBOUJDAINI, M., GERTSMAN, V., GAO, M., KATZ, D. C., "Stress Corrosion Cracking: Microstructural and Material Properties for Crack Initiation of 16" X-52 Line Pipe Steel ", CORROSION/2004, paper No. 4553, (Houston, TX:NACE International, 2004)

[2] TURCONI, G. L., ECHANIZ, G., CUMINO, G., ANELLI, E., SCOPPIO, L., "Improvement of Resistance to SSC Initiation and Propagation of High Strength OCTG Through Microstructure and Precipitation Control", CORROSION/2001, paper No. 1077, (Houston, TX:NACE International, 2001)

[3] Delfino, A. V., Desenvolvimento da nova geração de aços ferríticos Cr-W para alta temperatura – Relação entre microestrutura e propriedades de fluência do aço 11,5CrMoW(V). Projeto Final de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFRJ. Rio de Janeiro, 2010.

[4] ASM, I. H. C. ASM Handbook, v. 13A. ASM International, 2003.

[5] SANTOS, T. D. E. da S., *Análise do Nível de Degradação em Aço 1%Cr-0,5%Mo com 240.000 horas de Serviço em Altas temperaturas*. Projeto Final de Curso (Graduação em Engenharia Metalúrgica) – Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFRJ. Rio de Janeiro, 2011.

[6] URBAND, E., MOREY, S., "High Strength Sour Service C110 Casing", SPE/IADC Drilling Conference, Março 1999.

[7] SILVA, A. L. V. C., MEI, P. R., Aços e ligas especiais. 2 ed. São Paulo, Edgard Blücher, 2006.

[8] CHIAVERINI, V., Aços e Ferros Fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos. 7 ed. São Paulo, Associação Brasileira de Metalúrgica e Materiais, 2005.

[9] LIMA, F. B., *Microestrutura e Tenacidade de Aços Baixa Liga Tipo 41XX – Uma Abordagem Quantitativa*. Tese de M.Sc., COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 2006.

[10] KRAUSS, G., Steels Heat Treatment and Processing Principles, ASM Int., 1995

[11] 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) – Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, UFRJ. Rio de Janeiro, 2010

[12] KRAUSS, G., "Solidification, Segregation, and Banding in Carbon and Alloy Steels", *Metallurgical and Materials Transactions B*, v.34B, pp. 781- 792, Dezembro 2003.

[13] VERHOEVEN, J. D., "A Review of Microsegregation Induced Banding Phenomena in Steels", *Journal of Materials Engineering and Performance*, v.9(3), pp. 286-296, Junho 2000.

[14] DIETER, G. E., Metalurgia Mecânica. 2 ed. Rio de Janeiro, Guanabara Dois.

[15]GENTIL, V., Corrosão. 5 ed. Rio de Janeiro, LTC, 2007.

[16] API Specification 5CT, Specification for Casing and Tubing, 9 ed. Julho 2011.

[17] NACE Standard TM0177-2005 "Laboratory Testing of Metals for Resistance to Sulfide Stress Cracking and Stress Corrosion Cracking in H₂S Environments".

[18] ASTM E45-97, Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel, 2002.