**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO** ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

# **RODRIGO FERRAZ METLER**

Tenacidade ao Impacto e Resistência a Fadiga de Aço API5L X70 Modificado ao Nb

> São Carlos 2015

# **RODRIGO FERRAZ METLER**

# Tenacidade ao Impacto e Resistência a Fadiga de Aço API5LX70 Modificado ao Nb

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais.

Orientador: Waldek Wladimir Bose Filho

ESTE EXEMPLAR TRATA-SE DA VERSÃO CORRIGIDA. A VERSÃO ORIGINAL ENCONTRA-SE DISPONÍVEL JUNTO AO DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS DA EESC-USP. AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Metler, Rodrigo Ferraz Tenacidade ao Impacto e Resistência a Fadiga de Aço API5LX70 Modificado ao Nb / Rodrigo Ferraz Metler; orientador Waldek W. Bose Filho. São Carlos, 2015.
Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação Interunidades em Ciências e Engenharia de Materiais e Área de Concentração em Desenvolvimento Caracterização e Aplicação de Materiais -- Escola de Engenharia de São Carlos; Instituto de Física de São Carlos; Instituto de Química de São Carlos, da Universidade de São Paulo, 2015.
1. Tenacidade ao impacto. 2. Fadiga. 3. Curvas da/dN. 4. API5L-X70. I. Título.

# FOLHA DE JULGAMENTO

### Candidato: Bacharel RODRIGO FERRAZ METLER.

Título da dissertação: "Tenacidade ao impacto e resistência a fadiga de aço API5LX70 modificado ao Nb".

Data da defesa: 07/03/2016

#### Comissão Julgadora:

Prof. Titular **Waldek Wladimir Bose Filho (Orientador)** (Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

Prof. Dr. Ruís Camargo Tokimatsu (Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"/UNESP – Ilha Solteira)

Prof. Dr. Vitor Luiz Sordi (Universidade Federal de São Carlos/UFSCar)

Amorado

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais: Prof. Associado **Antonio José Felix de Carvalho** 

Presidente da Comissão de Pós-Graduação: Prof. Associado **Paulo César Lima Segantine** 

**Resultado:** 

A PROVADO

Dedico este trabalho à minha esposa, Gabriela, aos meus pais, Roberto e Roselene e a minha avó Dirce.

### AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar a Deus, sem o qual nada seria possível.

Ao Prof. Titular Dr. Waldek Wladimir Bose Filho, pela orientação dada, completo apoio, compreensão, amizade, tornando possível o desenvolvimento deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Julio Cesar que me apoia firmemente neste trabalho, pela sua amizade e co-orientação.

Ao Eng. MSc. Vinícius Giorgetti da Petrobras pela soldagem desses aços.

A empresa ArcelorMittal pela preparação dos aços utilizados neste trabalho.

A empresa e aos colaboradores da SGS Labmat, por ter disponibilizado horas durante o expediente de trabalho, para que pudesse concretizar este projeto e pela confecção dos corpos de prova e ensaios.

Aos colegas do Departamento de Engenharia de Materiais Thiago Maia, Hernani Castilho e Elielson Santos, pelo auxílio prestado durante o desenvolvimento experimental deste trabalho.

Ao Prof. MSc. Honório Cancilieri, grande inspirador desta realização, que me deu a oportunidade de experimentar um pouquinho desta ciência tão bonita que é a dos materiais, por onde tudo começou.

"Todo aquele que está seriamente comprometido com o cultivo da ciência chega a convencer-se de que em todas as leis do universo está manifesto um espírito superior ao homem, diante do qual, nós, com nossos poderes devemos sentir-nos humildes"

Albert Einstein

#### RESUMO

METLER, R.F. (2015). **Tenacidade ao Impacto e Resistência a Fadiga de Aço API5L X70 Modificado ao Nb.** 147p. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2015.

O transporte de gás e derivados de petróleo é realizado pelo uso de tubulações, denominadas de oleodutos ou gasodutos, que necessitam de elevados níveis de resistência mecânica e corrosão, aliadas a uma boa tenacidade à fratura e resistência à fadiga. A adição de elementos de liga nesses aços, Ti, V e Nb entre outros, é realizada para o atendimento destes níveis de resistência após o processamento termomecânico das chapas para fabricação destes dutos, utilizandose a norma API 5L do American Petroleum Institute, API, para a classificação destes aços. A adição de elementos de liga em associação com o processamento termomecânico visa o refino de grão da microestrutura austenítica, o qual é transferido para a estrutura ferrítica resultante. O Brasil é o detentor das maiores reservas mundiais de nióbio, que tem sido apresentado como refinador da microestrutura mais eficiente que outros elementos, como o V e Ti. Neste trabalho dois acos, denominados Normal e Alto Nb foram estudados. A norma API propõe que a soma das concentrações de Nióbio, Vanádio e Titânio devem ser menores que 0,15% no aco. As concentrações no aco contendo mais alto Nb é de 0,107%, contra 0,082% do aco de composição normal, ou seja, ambos atendem o valor especificado pela norma API. Entretanto, os aços são destinados ao uso em dutovias pela PETROBRÁS que impõe limites nos elementos microligantes para os acos aplicados em dutovias. Deste modo estudos foram desenvolvidos para verificar se os parâmetros de resistência à tração, ductilidade, tenacidade ao impacto e resistência à propagação de trinca por fadiga, estariam em acordo com a norma API 5L grau X70 e com os resultados que outros pesquisadores têm encontrado para aços dessa classe. Ainda, como para a formação de uma dutovia os tubos são unidos uns aos outros por processo de soldagem (circunferencial), o estudo de fadiga foi estendido para as regiões da solda e zona termicamente afetada (ZTA). Como conclusão final observa-se que o aço API 5L X70 com Nb modificado, produzido conforme processo desenvolvido pela ArcelorMittal - Tubarão, apresenta os parâmetros de resistência e ductilidade em tração, resistência ao impacto e resistência a propagação de trinca em fadiga (PTF) similar aos aços API 5L X70 com teores de Nb = 0,06 % peso e aqueles da literatura com teores de Nb+Ti+V < 0,15 % peso. O metal base, metal de solda e zona termicamente afetada apresentaram curvas da/dN x \Delta K similares, com os parâmetros do material C e m, da equação de respectivamente na faixa de 3,3 - 4,2 e 1.3x10<sup>-10</sup> - 5.0x10<sup>-10</sup> Paris.  $[(mm/ciclo)/(MPa.m^{1/2})^{m}].$ 

Palavras-chave: Tenacidade ao impacto, Fadiga, Curvas da/dN, API5L-X70.

### ABSTRACT

METLER, R.F. (2015). Impact Toughness and Fatigue Resistance of Steel API 5L X70 Changed to Nb. 147 p. Thesis (MS) - School of Engineering of São Carlos, University of São Paulo, São Carlos, 2015.

The transport of gas and oil is performed by pipelines, which require high levels of mechanical and corrosion strengths, combined with good fracture toughness and fatigue resistance. Addition of alloy elements in these steels, as Ti, V and Nb among others, is performed to meet the necessary strength levels after the thermomechanical processing of sheets for the production of these pipes, using the API 5L standards of the American Petroleum Institute, API for the classification of these steels. The addition of alloying elements in combination with the thermomechanical processing looking for grain refinement of austenite microstructure, which is transferred to the resulting ferritic structure. Brazil is the holder of the largest reserves of niobium, which has been presented as the most efficient microstructure refiner if compared with other micro alloying elements, such as the V and Ti. In this work two steels, named as regular and enhanced Nb were studied. The API standard states that the summation of niobium, vanadium and titanium contents should be less than 0.15 wt%. The total amount of these elements in the enhanced Nb steel is 0.107 wt%, against 0.082 wt% in the regular Nb steel, meaning that both meet the value specified by the API standard. However, the steels are intended for use in pipelines by the oil companies, which imposes limits on the amount of micro-alloying elements. Therefore, studies have been conducted to verify the tensile strength parameters, ductility, impact toughness and resistance to crack propagation by fatigue, to primary verify if both are in accordance with the standard API 5L X70 or X80 grades and compare the fatigue results presented by other researchers for similar steel grades. It is well known that to build a pipeline, the pipes are joined to each other by a girth welding process, therefore, the fatigue study was extended to the weld bead and to the heat affected zone (HAZ). The results has shown that both steel, produced by by ArcelorMittal - Tubarão may be classified as API 5L X70 steels and they present tensile strength parameters, ductility, impact resistance and fatigue crack propagation rate similar to the API 5L X70 steels with Nb + Ti + V <0.15 wt%. The base metal, weld metal and heat affected zone presented similar da/dN x  $\Delta K$  curves, with the material parameters m and C, from the Paris equation, in the range of 3.3 - 4.2 and  $1.3 \times 10^{-10}$  – 5.0 x  $10^{-10}$ [(mm/cycles)/(MPa.m<sup>1/2</sup>)<sup>m</sup>], respectively.

Keywords: Impact toughness, fatigue, curves da / dN, API5L-X70.

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABEGÁS - Associação Brasileira Das Empresas Distribuidoras De Gás Canalizado

ANP - Agência Nacional De Petróleo

API - American Petroleum Institute

ARBL - Aço De Alta Resistência E Baixa Liga

ASTM - American Society For Testing And Materials

BISRA - British Iron And Research Association

**BS** - Bainita Superior

CS - Cordão De Solda

EFE - Energia De Falha De Empilhamento

EPS - Especificação Do Procedimento De Soldagem

ERW - Eletric Resistence Welding

FA - Ferrita Acicular

FW - Ferrita De Widmanstatten

FCAW - Flux Core Arc Welding

FP - Ferrita Poligonal

GMAW - Gas Metal Arc Welding

GTAW - Gas Tungsten Arc Welding

HTP - Hot Temperature Process (Processamento Termo-Mecânico A Alta Temperatura)

IIW - International Institute Of Welding

LE - Limite De Escoamento Do Material

LR - Tensão Limite De Resistência Do Material

MS - Metal De Solda

Nb(C,N) - Precipitado De Carboneto, Nitreto Ou Carbo-Nitreto De Nióbio

Nbc - Precipitado De Carboneto De Nióbio

Nbn - Precipitado De Nitreto De Nióbio

P - Perlita

P<sub>cm</sub> - Parâmetro De Carbono Equivalente

PSL - Product Specification Level

SAW - Submerged Arc Welding (Soldagem Por Arco Submerso)

SMAW - Shield Metal Arc Welding

SE(B) - Corpo De Prova Retangular De Mecânica Da Fratura Entalhado Lateralmente Submetido À Flexão

T<sub>f</sub> - Temperatura de fusão

- Tic Precipitado De Carboneto De Titânio
- Tin Precipitado De Nitreto De Titânio

TMCP - Thermo Mechanical Controlled Process

- TMCR Thermo Mechanical Controlled Rolling
- TRC Transformação Por Resfriamento Contínuo
- Tnr Temperatura De Não Recristalização
- UOE Processo De Conformação Em "U", "O" E Expansão Em "E"
- VC Precipitado De Carboneto De Vanádio
- VN Precipitado De Nitreto De Vanádio
- ZAC Zona Afetada Pelo Calor
- RRGF Região Recristalizada De Granulação Fina
- RRGG Região Recristalizada De Granulação Grosseira
- PTF Propagação De Trinca Em Fadiga
- TTFD Temperatura De Transição Frágil-Dúctil
- CCC Cúbica De Corpo Centrado

# LISTA DE SÍMBOLOS

- µ módulo de cisalhamento
- b vetor de Burger
- $\Delta \rho$  variação na densidade de discordâncias entre os lados do contorno móvel
- N<sub>s</sub> número de partículas por unidade de área do contorno.
- K fator de intensidade de tensões
- Y fator geométrico da trinca
- $\sigma$  tensão uniaxial atuante perpendicular ao plano da trinca
- a comprimento de uma trinca no interior do material
- N número de ciclos
- da/dN taxa de propagação da trinca
- ε<sub>c</sub>, Deformação crítica
- $\epsilon_x$ , Deformação para 95% de amaciamento

# LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Mapa da distribuição dos gasodutos e reservas de gás por toda América do Sul. Fonte: ABEGÁS
Figura 2 - Desenvolvimento dos acos API 5L ao passar dos anos, com respectivos
elementos de microliga e processamento. Fonte: Adaptado de Bai. 2001
Figura 3 – Curva tínica de escoamento plástico de materiais que sofrem apenas
reguperação dinâmico
Figure 4. Curves de tensõe y defermação típicos de regristelização dinâmico. Fontes
PADILHA; SICILIANO, 2005
Figura 5 - Ilustração do refino de grão promovido pela recristalização dinâmica.
Fonte: PADILHA; SICILIANO, 2005
Figura 6 - Representação esquemática da nucleação por migração de contornos de
alto ângulo induzida por deformação. (a) Condições para a ocorrência da migração
(b) migração (c) formação de região livre de defeitos. Fonte: Adaptado de RIOS
Figura 7 - Diagrama recristalização-precipitação-tempo-temporatura Eento:
Adaptada da Hanaan 1000
Figure 9 Deleção entre temperature erítico pero e ereccimente de grãos e
Figura 8 - Relação entre temperatura citica para o crescimento de graos e
concentração de microligantes para quatro tipos de aços microligados por diferentes
elementos. Fonte: Adaptado de Cuddy e Raley, 1983
Figura 9 - Relação entre a $T_{cg}$ e a temperatura de dissolução dos precipitados.
Fonte: Adaptado de Cuddy e Raley, 198353
Figura 10 - Comportamento distinto entre tempo entre passes e T <sub>nr</sub> para três regiões.
Fonte: Adaptado de Bai, 199354
Figura 11 - Ilustração de uma planta de produção de tubos pelo processo UOE.
Fonte: Tenaris
Figura 12 - Aparamento e conformação de chapas, oriunda de uma bobina, em
tubos por rolos de laminação verticais e horizontais, para posterior processo de
soldagem. Fonte: SENAI; CST ARCELOR BRASIL61
Figura 13 - Ilustração de uma planta de produção de tubos pelo processo ERW.
Fonte: Tenaris
Figura 14 - Ilustração de uma planta de produção de tubos pelo processo de
conformação em espiral com soldagem SAW Fonte: Tenaris 63
Figura 15 - Soldagem circunferencial de oleoduto em campo realizada por operador
Fonte:
bite://nowsroom/incolnoloctric.com/imagos/0026/modia_gallon//H00004008_high_IP
niip.//newsroom.inconnelectric.com/images/9020/media_gallery/H00004996_mgn.JF
Figura 10 - Bandas de desilzamento promovidas por deformação. (A) Deformação
unidirecional e (B) deformação alternada. Fonte: Reed Hill, 1982
Figura 17 - Estagios I e II da propagação de trinca por fadiga. Fonte: Adaptado de
Callister, 2005

Figura 18 - Representação esquemática de uma superfície submetida à fadiga. Figura 19 - Representação esquemática de duas curvas S-N. Fonte: SILVA, 2009 71 Figura 20 - (a) Efeito da tensão média e (b) efeito da razão de carregamento nas Figura 21 - Ilustração de crescimento de trinca por fadiga. Fonte: MANDAI, 2010..75 Figura 22 - Comprimento de trinca em função do número de ciclos para diferentes Figura 24 - a) Chapa de 16 mm de espessura do aço API5L-X70 com teor de Nb de 0,06%; b) Tubo de 14 mm de espessura do aço API5L-X70 com teor de Nb de 0,09%; c) Chapa de 14 mm de espessura do aço API5L-X70 com teor de Nb de Figura 25 - a) Calotas obtidas pelos cortes do tubo; b) Corte transversal realizado Figura 26 - Dimensões e geometria da junta do tipo "meio K", utilizada na união das Figura 27 - Corte das amostras soldadas para a extração dos corpos de prova..... 83 Figura 28 - a) Chapa de 16 mm de espessura do aco API X70 Normal Nióbio; b) Figura 29 - Esquema de retirada dos corpos de prova para os ensaios de Microscopia Óptica, onde I) Região de Solda Enchimento, II) Região de Solda Raiz, Figura 30 - Corpos de prova extraídos das chapas de aco API X70 com Normal Nb e Figura 31 - Microscópio Óptico modelo BX51M, marca Olympus utilizado na análise Figura 32 - Espectrômetro de emissão óptica da marca Thermo Scientific, modelo Figura 33 - Dimensões em [mm] e geometria dos corpos de prova utilizados nos Figura 34 - Máquina Universal de Ensaio EMIC DL 60000, modelo AC1-14, utilizado Figura 35 - Geometria e dimensões dos corpos de prova "sub-size" utilizados no Figura 36 - Aparatos utilizados para o controle de temperatura dos corpos de prova no ensaio de impacto Charpy, incluindo banho termostizado e termômetro digital Figura 37 - Perfil de dureza Vickers para o tipo de junta meio "K". Fonte: (N-133 da Figura 38 - Geometria e dimensões dos corpos de prova do tipo SE(B), utilizados no 

Figura 39 - Posicionamento do entalhe nos corpos de prova utilizados no ensaio de propagação de trinca por fadiga. a) Região de Metal Base; b) Região de Solda e c) Figura 40 - Dispositivos utilizados no ensaio de propagação de trinca por fadiga. a) Monitoramento do crescimento da trinca através da utilização de lupa e iluminação Figura 41 - Entrada e saída de dados no programa "Fatigue Crack Growth", da MTS Figura 42 - Esquema da junta soldada, "meio K", indicando as regiões analisadas de cada aço......97 Figura 43 - Micrografias do metal de base para os acos Normal (A) e Alto (B) Nb...98 Figura 45 - Micrografias da região de enchimento do metal de solda para os aços Figura 46 - Micrografias da região de raiz do metal de solda para os aços Normal (A) Figura 47 – Microestrutura do centro solda dos aços Alto/Normal Nb (múltiplos Figura 48 - Diagrama TRC de um aço microligado baixo Carbono. Fonte: Adaptado Figura 49 – Micrografia do Aço Normal Nb, à esquerda, e a direita, método do intercepto para medição do tamanho de grão. (A) Metal Base (B) ZTA......104 Figura 50 – Micrografia do Aço Alto Nb, à esquerda, e a direita, método do intercepto Figura 51 - Gráfico com os valores médios do limite de escoamento e de resistência dos aços Alto e Normal Nb, nas condições longitudinal e transversal de laminação das chapas......106 Figura 52 - Perfil de dureza para os aços Normal e Alto Nb, na linha do passe de enchimento conforme Figura 36.....108 Figura 53 - Perfil de dureza para os acos Normal e Alto Nb, na linha do passe de raiz Figura 54 - Corpos de prova, não fraturado e fraturado com secção transversal de 10 x 10 mm e 10 x 7,5 mm, respectivamente......110 Figura 55 - Dados experimentais do ensaio de impacto Charpy para os corpos de prova "sub-size"......111 Figura 56 - Dados experimentais do ensaio de impacto Charpy para os corpos de Figura 57 – Taxa de PTF para o metal base do aço normal Nb......117 Figura 58 - Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de Figura 59 - Taxa de PTF para o metal base do aço alto Nb......118 Figura 60 - Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de propagação. a) CP1 e b) CP2. .....118 

Figura 62 - Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de propagação. a) CP1 e b) CP2......119 Figura 63 - Taxa de PTF para o metal de solda do aço alto Nb. ...... 120 Figura 64 - Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de propagação. a) CP1 e b) CP2 e c) CP3......121 Figura 65 - Taxa de PTF para a ZTA da solda do aço normal Nb. ..... 122 Figura 66 - Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de propagação. a) CP1 e b) CP2. As setas indicam a variação de plano da trinca na Figura 67 - Avaliação microestrutural no caminho da trinca durante a PTF na ZTA do Figura 68 - Detalhe da figura anterior mostrando as diferentes regiões Figura 69 - Detalhe da figura anterior mostrando a microestrutura da região próxima ao início da PTF. ZTA NNb CP1......125 Figura 70 - Detalhe da Figura 65 mostrando a microestrutura de uma região de Figura 71 - Avaliação microestrutural no caminho da trinca durante a PTF na ZTA do CP2 do aco normal Nb......126 Figura 72 - Detalhe da figura anterior mostrando as diferentes regiões microestruturais experimentadas pela trinca. ZTA NNb CP2...... 127 Figura 73 - Detalhe da Figura 70 mostrando a microestrutura na região da pré-trinca por fadiga (metal de solda como depositado) e (b) de uma região de granulação fina na solda. ZTA NNb CP2. ..... 127 Figura 74 - Taxa de PTF para a ZTA da solda do aço alto Nb. ..... 128 Figura 75 - Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de propagação. a) CP1 e b) CP2......128 Figura 76 - Avaliação microestrutural no caminho da trinca durante a PTF na ZTA do CP1 do aço alto Nb. A seta indica final do ensaio de PTF......129 Figura 77 - Detalhe da figura anterior mostrando as diferentes regiões microestruturais experimentadas pela trinca. ZTA ANb CP1......130 Figura 78 - Detalhe da figura anterior mostrando a microestrutura da região próxima ao início da PTF. ZTA ANb CP1......130 Figura 79 - Detalhe da Figura 75 mostrando a microestrutura de uma região de granulação fina na solda. ZTA NNb CP1.....131 Figura 80 - Avaliação microestrutural no caminho da trinca durante a PTF na ZTA do CP2 do aco alto Nb......132 Figura 81 - Detalhe da figura anterior mostrando as diferentes regiões Figura 82 - Detalhe da Figura 79 mostrando a microestrutura na região da pré-trinca por fadiga (metal de solda como depositado) e (b) de uma região de granulação fina 

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Característica dos Tubos da API 5L a partir do Grau X52. Fonte:
Adaptado de API 5L
Tabela 2 - Representação gráfica de um carregamento cíclico e as principais
variáveis a serem observadas72
Tabela 3 - Definição das dimensões dos corpos de prova para realização das
análises químicas
Tabela 4 - Composição química em porcentagem de peso do aço API X70 Normal
Nióbio96
Tabela 5 - Composição química em porcentagem de peso do aço API X70 Alto
Nióbio96
Tabela 6 - Descrição dos símbolos utilizados nas micrografias para a identificação
dos constituintes97
Tabela 7 - Resultados obtidos pelo ensaio de tração realizados nos aços X70,
Normal Nb e Alto Nb, nas direções longitudinal e transversal ao sentido de
laminação105
Tabela 8 – Resultados obtidos de microdureza Vickers para os aços Alto e Normal
Nb107
Tabela 9 - Normal Nb Longitudinal - CP "sub-size"
Tabela 10 - Normal Nb Transversal - CP "sub-size"110
Tabela 11 - Alto Nb Longitudinal - CP "sub-size".
Tabela 12 - Alto Nb Transversal - CP "sub-size".
Tabela 13 - Composição química dos aços. Fonte: Adaptado de SHIN et. al. 2007.
Tabela 14 - Condições de processamento dos aços. Fonte: Adaptado de SHIN et. al.
2007112
Tabela 15 - Normal Nb Longitudinal - CP "full size" (convertido)114
Tabela 16 - Normal Nb Transversal - CP "full size" (convertido).
Tabela 17 - Alto Nb Longitudinal - CP "full size" (convertido).
Tabela 18 - Alto Nb Transversal - CP "full size" (convertido).
Tabela 19 - Parâmetros da equação de Paris e Erdogan.133
Tabela 20 - Tabela de conversão dos valores de energia absorvida nos corpos de
prova "sub-size" e "full size". Fonte: Adaptado da ASTM A370, 2014145

# SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA	27
2	OBJETIVO	30
3	FUNDAMENTOS TEÓRICOS E REVISÃO DA LITERATURA	31
3.1	AÇOS DE ALTA RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA (ARBL) E AÇOS	21
2.2		ו כ בכ
321	Evolução dos Acos API 5	
33		38
3.4	FUDAMENTOS DE METALURGIA EÍSICA	40
3.4.1	Mecanismo de Endurecimento	
3.4.2	Mecanismos de Amolecimento	42
3.4.3	Interação entre precipitação e recristalização	48
3.4.4	Efeito dos elementos microligantes	51
3.5	PROCESSAMENTO	56
3.5.1	Tratamento Termomecânico dos aços API 5L	56
3.5.2	Fabricação dos Tubos em aço API 5L	58
3.5.3	Soldagem Circunferencial para Construção de Dutos com Tubos Fabricad	los
em Ag	ço API 5L	63
3.6	FENÔMENO DE FADIGA	67
3.6.1	Caracterização Prática da Vida em Fadiga - Curva S-N	71
3.7	MECÂNICA DA FRATURA APLICADA À FADIGA	73
3.8	TRANSIÇÃO FRÁGIL-DÚCTIL	77
4	PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	80
4.1	MATERIAL	80
4.2	ANÁLISE METALOGRÁFICA	83
4.3	ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA	85
4.4	ENSAIO DE TRAÇÃO	86
4.5	ENSAIO DE IMPACTO CHARPY	88
4.6	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS	90
4.7	ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE TRINCA POR FADIGA	91
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	96
5.1	ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA	96
5.2	ANÁLISE MICROESTRUTURAL	97
5.3	PROPRIEDADES MECÂNICAS	.105
5.3.1	Ensaio de Tração	.105
5.3.2	Ensaio de Microdureza Vickers	. 107
5.3.3	Ensaio de Impacto Charpy	.109

5.3.4	Ensaio de Propagação de Trinca Por Fadiga	116
6	CONCLUSÕES	135
REFE	RÊNCIAS	137
APÊN	IDICE 1	145
ANEX	۲O 1۲	146
		146

### 1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

A produção de petróleo e derivados está crescendo constantemente e os cuidados com seu transporte devem ser intensificados (ANP, 2015a; 2015b). A utilização de tubos para transporte de petróleo e gás natural faz-se necessário, pois, de forma geral, os locais onde estas substâncias são extraídas estão distantes dos grandes centros de consumo, como pode ser visto na Figura 1, referente ao mapa de gasodutos na América do Sul.



Figura 1 - Mapa da distribuição dos gasodutos e reservas de gás por toda América do Sul. Fonte: ABEGÁS.

A crescente necessidade de aços para aplicações em transporte de fluídos como petróleo e gás, gera uma demanda crescente por aços microligados com menores custos. O aumento na demanda de gás e petróleo exige que um volume maior de fluído seja transportado, para esse fim pode-se aumentar a área dos dutos, ou seja, fabricar dutos com maior diâmetro; e/ou aumentar a pressão de transporte, necessitando de dutos com maior espessura de parede, desde os poços de extração até os locais de consumo. Na intensa busca por redução dos custos de processo, instalação e transporte dos dutos o aumento na resistência das chapas de aço permite projetar tubulações de alta pressão com menor espessura de parede do duto e a consequente redução da quantidade de aço, o que implica em menor peso por metro de tubo, maior facilidade de transporte e instalação, redução na soldagem bem como o menor emprego da quantidade de energia no processo de fabricação da chapa (Hillenbrand, 2005).

Atualmente os dutos transportam gases com elevada acidez, em condições de operação severas de pressão e temperatura (BAUER; SCHWINN; TACKE, 2003). Para essas condições de aplicação são necessários aços com alta resistência mecânica e boa tenacidade a baixas temperaturas, além de boa soldabilidade o que conduz a um maior controle no processo de fabricação e nos teores dos elementos de liga (ZHAO *et al.*, 2003). Dentre os aços, aqueles que destacam-se com estas características são os aços microligados de alta resistência e baixa liga (ARBL), processados por tratamento termomecânico com microadição de elementos de liga (< 0,15 % em peso), obedecendo a norma da *American Petroleum Institute* (API) 5L (2013) para tubos de aço de alta resistência e baixa liga (ARBL).

Os aços ARBL têm baixo teor de Carbono, o qual é compensado com a adição de elementos microligantes que mantêm a resistência mecânica. A diminuição do Carbono melhora a soldabilidade e aumenta a tenacidade. Os efeitos de microadições de elementos com forte tendência à formação de carbonitretos, como o Vanádio, Titânio e Nióbio, nas propriedades mecânicas dos aços com baixo teor de Carbono (C < 0,20 %) são, atualmente, bem conhecidas. Esses elementos em combinação com o tratamento termomecânico adequado refinam o grão ferrítico e endurecem a ferrita pela precipitação de carbonitretos, causando um aumento na resistência mecânica dos aços.

Neste contexto, o interesse de se utilizar o Nióbio no Brasil reside no fato de que este país possui a maior reserva mundial de minério deste metal. Além de ser apresentado como refinador da microestrutura o Nióbio possui maior custo benefício com relação aos demais elementos microligantes, aumentando a temperatura e reduzindo a carga necessária no processamento.

Também, com o aumento do consumo de produtos petroquímicos e, consequentemente, do aumento da malha de dutos, é de extrema importância

garantir a segurança de operação. O envelhecimento natural dos dutos e os riscos operacionais inerentes à atividade, aliado com novos desafios como a exploração de petróleo em águas profundas e a complexidade geométrica dos dutos flexíveis estimularam o desenvolvimento técnico e científico aplicado às diversas áreas da engenharia, com a perspectiva de melhorar as propriedades dos dutos e/ou desenvolver técnicas de manutenção e prevenção de defeitos com o objetivo de evitar o alto dano ambiental e econômico em caso de vazamento ou ruptura catastrófica.

No presente trabalho foram estudados dois materiais de aço grau X70 fabricados de acordo com os requisitos da norma API 5L, sendo um de composição química padrão e teor normal de Nióbio, outro de teor alto de Nióbio, ambos fabricados pela empresa ARCELOR MITTAL, fabricante de tubos e fornecedora da PETROBRÁS para construção de gasodutos. O trabalho experimental (composição química, metalografia, ensaios de impacto, de dureza e de tração) foi executado no laboratório da SGS Labmat, enquanto os ensaios de fadiga foram conduzidos no Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de São Carlos-USP.

Portanto, o trabalho aqui desenvolvido será voltado a caracterizar ambos os aços segundo a norma API 5L, validando-os para a fabricação de dutos; e estudar o comportamento dos mesmos submetidos às tensões oscilantes por meio da Mecânica da Fratura com o objetivo de inspeção e monitoramento do crescimento de trincas.

#### 2 OBJETIVO

Neste trabalho estudou-se as propriedades mecânicas de tenacidade ao impacto e resistência à propagação de trinca por fadiga de dois aços microligados para dutos da classe API 5L de composição química semelhante, mas com valores de 0,06% e 0,09% de Nióbio em peso, denominados respectivamente de normal Nb e alto Nb, na tentativa de atingir graus superiores com o aumento do teor de Nb.

Ambos os aços foram analisados para verificação da composição química, resistência mecânica em tração para verificação do atendimento a norma API 5L para a produção de dutos. Como as soldas para a confecção das dutovias podem conter defeitos do tipo trincas associados a carregamentos dinâmicos, foram realizados estudos de propagação de trincas em fadiga conforme a norma ASTM E647 visando à obtenção das curvas de propagação de trinca, da/dN x  $\Delta$ k, no material base, metal de solda e ZTA.

#### **3 FUNDAMENTOS TEÓRICOS E REVISÃO DA LITERATURA**

A seguir são apresentados os principais pontos para contextualização e entendimento deste trabalho.

A princípio foi realizada uma breve introdução dos seguintes temas: aços ARBL e especificação API, a fim de contextualizar o leitor à respeito dos principais termos técnicos utilizados, assim como os tipos de aço e a principal norma utilizada nos dutos de transporte.

Um capítulo destinado à história do Nióbio, principal elemento nos aços microligados, tem a intenção de mostrar a importância do uso deste elemento, pois as maiores reservas do minério encontram-se em território nacional, sob domínio da Companhia Brasileira de Metalúrgia e Mineiração (CBMM).

Na sequência são apresentados os fundamentos de metalurgia, onde são apresentados conceitos já consagrados no meio acadêmico e industrial sobre o efeito dos elementos de liga durante a deformação a quente, e como estes devem ser utilizados durante a fabricação dos dutos com aço API, seguido das rotas de conformação, das principais técnicas de processamento dos dutos e das técnicas de soldagem utilizadas.

Por fim, os dois últimos capítulos são dedicados as propriedades de tenacidade à fratura e de fadiga, respectivamente. Sendo abordados aspectos teóricos, artigos e normas técnicas dos ensaios de fundamental importância para a apresentação final dos resultados a serem discutidos ao final deste trabalho.

# 3.1 AÇOS DE ALTA RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA (ARBL) E AÇOS MICROLIGADOS

A classificação de aços como Alta Resistência e Baixa Liga é bastante genérica. Portanto, é comum uma superposição natural entre a classificação de aços ARBL com outras classificações, por exemplo, como as baseadas em aplicações, já que os aços ARBL são empregados como aços estruturais, aços para a indústria automobilística, aços para tubulações, entre outros. Ainda, os aços ARBL podem ser agrupados em função de algumas características comuns, segundo processamento, composição química ou microestrutura, por exemplo: aços laminados controladamente, aços microligados e aços bifásicos (*dual-phase*) (COSTA E SILVA; MEI, 2006).

A princípio, o projeto de estruturas era baseado, apenas, no limite de ruptura do material e o principal elemento de liga era o Carbono. Esse material, embora de baixo custo, não apresentava boa tenacidade e soldabilidade. A necessidade de unir peças fabricadas separadamente levou ao advento da soldagem, sendo necessária uma redução no teor de Carbono desses aços. Com o objetivo de manter a resistência mecânica o Carbono foi substituído pelo Manganês dando origem aos aços C-Mn. Contudo, o surgimento de falhas catastróficas nas estruturas soldadas levou a uma revisão dos critérios de projeto que passaram a dar mais importância a tenacidade e ao limite de escoamento dos materiais (COSTA E SILVA; MEI, 2006).

Em paralelo, o desenvolvimento dos aços foi acompanhado de redução, ainda maior, no teor de Carbono, mantendo o teor de Manganês elevado, enquanto que a importância do tamanho de grão na tenacidade e na resistência do material foram reconhecidas, em torno de 1950, com as pesquisas de E. O. Hall, da Universidade de Sheffield, Reino Unido, e N. J. Petch, da Universidade de Leeds, Inglaterra. Ambos pesquisadores chegaram ao mesmo resultado e foi proposta a relação de Hall-Petch que descreve a relação entre limite de escoamento e tamanho de grão (ASSIS *et al.*, 2011).

A partir de então o desenvolvimento de aços de alta resistência mediante redução do tamanho de grão tem sido objetivo de diversos pesquisadores ao redor do mundo (SOLEYMANI; EGHBALI, 2012; WANG *et al.*, 2012; ZAHARIA *et al.*, 2014). Dentre os avanços nas pesquisas para obtenção de grãos cada vez mais finos destacam-se os aços microligados processados por laminação controlada.

Os aços microligados são aços Carbono que contêm pequenas quantidades de elementos microligantes (geralmente de até 0,10% em peso), tais como Nióbio, Titânio e Vanádio. Esses elementos, devida à sua alta afinidade pelo Carbono e Nitrogênio, são fortes formadores de carbonetos e carbonitretos, os quais podem aumentar consideravelmente a resistência mecânica dos aços por precipitação na matriz e por ancoramento dos contornos de grão, resultando em uma microestrutura de grãos finos (DAVIS, 2011). Adicionalmente, pesquisas recentes mostraram que o refino de grão ferrítico é responsável pela maior contribuição (em média 70%) no aumento do limite de escoamento nos aços microligados (POORHAYDARI; PATCHETT; IVEY, 2006).
Estes aços possuem uma boa relação resistência mecânica/tenacidade e boa soldabilidade, devido ao baixo teor de Carbono, sendo comumente utilizados na indústria de óleo e gás para a construção de dutos (SICILIANO, 2008). Ademais, os aços ARBL minimizam os custos com posterior tratamento térmico, pois na sua condição de laminados fornecem propriedades iguais ou superiores aos aços normalizados (PAULES, 1991).

## 3.2 AÇOS PARA DUTOS E ESPECIFICAÇÃO API 5L

Apesar da redução no preço do barril de petróleo e seus derivados, a demanda e produção do mesmo contínua crescendo (ANP, 2015a). Em dezembro de 2014, a Agência Nacional de Petróleo, ANP (2015b), registrou um aumento de 18,4%, na produção de petróleo, e 16,6%, na produção de gás natural, em comparação ao mesmo mês do ano anterior.

O sistema de dutos é o principal meio de transporte em um setor com demanda crescente e investimentos na ordem de milhões de dólares, pois apresenta baixo custo e alta confiabilidade (Pipeline & Gas Journal, 2012). Os aços ARBL são utilizados para a produção dos dutos devido à sua alta resistência mecânica, pois possibilitam a produção de dutos com menor espessura de parede para uma mesma pressão interna, isso minimiza os custos de produção. Outra possibilidade é a manutenção da espessura do duto com aumento da pressão interna na rede, aumentando o volume de produto transportado (SICILIANO, 2008; HILLENBRAND; KALWA, 2002).

Em resposta à necessidade de compradores e fabricantes em desenvolver um padrão uniforme para especificar processos aceitáveis de fabricação, testes de controle de qualidade, taxas de amostragem, tamanhos padrão, técnicas de marcação padrão, um processo de certificação tornou-se necessário, e uma comissão de compradores e fabricantes publicou, em 1928, a primeira edição da Norma API 5L. Na década de 1940 foi introduzida a especificação API 5LX, contendo somente o grau X42 para a produção de dutos. As sucessivas edições da norma, bem como suplementos foram publicados periodicamente para acompanhar as mudanças e os avanços tecnológicos. Em 1983, as normas API 5LX e API 5L foram combinadas na norma API 5L (KIEFNER; TRENCH, 2001). Atualmente a norma API 5L (2013), *Specification for Line Pipe*, classifica os tubos para construção dos dutos com base nas suas propriedades mecânicas, dimensões, peso, composição química, Carbono equivalente e ensaios hidrostáticos, podendo ser fabricados sem costura ou soldados seguindo as exigências da norma diante de cada processo, de forma a garantir a segurança operacional e ambiental, regulamentando a produção e o uso apropriado das tubulações transportadoras de água, petróleo e gás, em indústrias de petróleo e gás natural. Os graus que são abrangidos pela norma em questão são A25, A, B, X42, X46, X52, X56, X60, X65, X70 e X80 são baseados na sua tensão de escoamento mínima, sendo possíveis classes de resistências intermediárias quando acordado entre o comprador e o fabricante. Os números após os graus identificados pela letra X, em maiúsculo, indicam a tensão de escoamento mínima do grau, em ksi.

Adicionalmente, os tubos podem ser classificados em dois tipos de especificação de produto: PSL (*Product Specification Level*) 1 e 2. Dutos PSL 1 são fornecidos em uma faixa de diâmetros externos de 11,4 *mm* (0,405") até 2000 *mm* (80"), já os tubos classificados como PSL 2 são fornecidos em uma faixa de diâmetros externos de 115 *mm* (4,5") até 2000 *mm* (80"). Os tubos são geralmente fornecidos com comprimentos de 6 ou 12 *m*. A diferença entre esses dois níveis (PSL1 e PSL 2) está no rigor em relação aos requisitos técnicos, tais como: Carbono equivalente, tenacidade, limite de escoamento e resistência máximos no nível de especificação da norma (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2013).

A Tabela 1 resume as principais especificações da norma para os aços a partir do grau X52.

													Carbono Equivalente			
				C	Mn	P	S	Si	V	Nb	Ti	Other	CEHW	CEPcm	LE	LR
Grau	PSL	Costura	Fabricação	% máx	% máx	min (MPa)	min (MPa									
X52	1	sem		0,28	1,40	0,030	0,030	-	а	a	a	-	-	-		460
		com	-	0,26	1,40	0,030	0,030		а	a	a		1.1	-	]	
	2	-	N	0,24	1,40	0,025	0,015	0,45	0,10	0,05	0,04	a,b	0,43	0,25	360	
		-	Q	0,18	1,50	0,025	0,015	0,45	0,05	0,05	0,04	b	0,43	0,25		
		com	М	0,22	1,40	0,025	0,015	0,45	a	a	a	ь	0,43	0,25		
X56	1	sem	• •	0,28	1,40	0,030	0,030	-	a	a	a	-	-	-	390	490
		com		0,26	1,40	0,030	0,030		а	a	a	-	-	-		
	2	-	N	0,24	1,40	0,025	0,015	0,45	0,10	0,05	0,04	a,b	0,43	0,25		
		-	Q	0,18	1,50	0,025	0,015	0,45	0,07	0,05	0,04	a,b	0,43	0,25		
		com	М	0,22	1,40	0,025	0,015	0,45	а	a	a	ь	0,43	0,25		
X60	1	sem		0,28	1,40	0,030	0,030	-	a	a	a	-	-	-	415	520
		com	-	0,26	1,40	0,030	0,030	-	а	a	a	-	-	-		
	2		N	0,24	1,40	0,025	0,015	0,45	0,10	0,05	0,04	a,c	0,43	0,25		
		-	Q	0,18	1,70	0,025	0,015	0,45	a	a	a	a,b	0,43	0,25		
		com	М	0,12	1,60	0,025	0,015	0,45	а	a	a	с	0,43	0,25		
X65	1	sem		0,28	1,40	0,030	0,030	-	а	a	a	-	-	-	450	535
		com		0,26	1,45	0,030	0,030	-	а	a	a	-	-	-		
			Q	0,18	1,70	0,025	0,015	0,45	а	a	a	с	0,43	0,25		
		com	М	0,12	1,60	0,025	0,015	0,45	a	a	a	с	0,43	0,25		
X70	1	sem	-	0,28	1,40	0,030	0,030	-	а	a	a	-	-	-	485	570
		com		0,26	1,65	0,030	0,030	-	a	a	a			-		
	2	-	Q	0,18	1,80	0,025	0,015	0,45	a	a	a	с	0,43	0,25		
		com	М	0,12	1,60	0,025	0,015	0,45	a	a	a	с	0,43	0,25		
X80	2	-	Q	0,18	1,90	0,025	0,015	0,45	a	a	a	d,e	0,43	0,25	555	625
		com	M	0,12	1,60	0,025	0,015	0,45	a	a	a	d	0,43	0,25		
													1	-		-

**Tabela 1 -** Característica dos Tubos da API 5L a partir do Grau X52. Fonte: Adaptado de API 5L.

Legenda:

a - Soma das concentrações de vanádio, nióbio e titânio devem ser ≤ 0,15%.

b - Máximo de 0,50% para o cobre, 0,30% para o níquel, 0,30% para o cromo e 0,15% para o molibdênio.

c - Máximo de 0,50% para o cobre, 0,50% para o níquel, 0,50% para o cromo e 0,5% para o molibdênio.

d - Máximo de 0,50% para o cobre, 1,0% para o níquel, 0,50% para o cromo e 0,5% para o molibdênio.

e - Máximo 0,004% de boro.

com - com costura.

sem – sem costura.

N – Normalizing rolling (Normalização)

Q - Quenched and tempered (Têmpera)

M - Termo mechanical rolling (Laminação convencional controlada)

PSL1 - Nível padrão.

PSL2 - Requisitos obrigatórios para a composição química, ductilidade e propriedades de resistência.

Os tubos utilizados para fabricação de dutos de transporte de produtos da indústria de óleo e gás podem ser fabricados com ou sem soldagem. A fabricação sem etapas de soldagem (*seamless* – sem costura) pode ser realizada por extrusão a quente, fundição por centrifugação ou fundição convencional (HASHMI, 2006). Já os tubos fornecidos com costura podem ser fabricados, em geral, por três diferentes processos: ERW Longitudinal (*Eletric Resistence Welding*) para tubos com diâmetro entre 115 mm (4,5") e 508 mm (20"), SAW Helicoidal (*Submerged Arc Welding*) para tubos com diâmetro superior a 558,8mm (22") e SAW Longitudinal e conformação (UOE) sendo este aplicado para tubos com diâmetro superior a 323,9 mm (12,75") com espessuras relativamente altas (TENARIS).

#### 3.2.1 Evolução dos Aços API 5L

Inicialmente os dutos eram produzidos com aço endurecido por Carbono e Manganês, mas estes possuíam baixa tenacidade e péssima soldabilidade. Em torno de 1950 no BISRA (*British Iron and Steel Research Association*) ocorreram os primeiros estudos em relação ao desenvolvimento dos aços ARBL, no qual foram estudados os fenômenos que ocorrem durante o processamento termomecânico, ainda, em paralelo, no ano de 1948, foi introduzida a especificação API 5LX, para a construção dos dutos, contendo apenas o aço de grau X42 (JUNIOR; ROCHA; BRANDI, 2013).

Embora em 1959 tenha sido construído o primeiro duto com aço microligado nos Estados Unidos, pela Great Lakes Steel, unindo Michigan a Wisconsin, e também, neste mesmo ano ter sido desenvolvido o primeiro grau X52 com redução no teor de Carbono e adição de elementos microligantes. Durante a década de 1960 o aço dominante para a construção de gasodutos era o grau X52 acalmado ou semi-acalmado ao Alumínio sem requisitos de tenacidade e com teor médio de Carbono de 0,16%, considerado baixo para a época (SICILIANO, 2008; JUNIOR; ROCHA; BRANDI, 2013).

Até a década de 1970, a rota de produção dos aços para dutos baseava-se na laminação a quente seguida de tratamento térmico de normalização, sendo possível produzir até o grau X60 (BAI, 2001). O início da exploração no Alasca e outras regiões de frio intenso, levaram ao desenvolvimento de novos graus com maior tenacidade em baixa temperatura (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE). A produção desses novos graus só foi possível por meio de uma nova rota de produção, desenvolvida no início da década de 1970, chamada de Laminação Controlada (LCC) ou *Thermo-mechanical Controlled Rolling* (TMCR), a qual possibilitou a fabricação do grau X70 microligado ao Nióbio e ao Vanádio com reduções de tamanho de grão e do teor de Carbono. O aço API 5L grau X70 foi introduzido pela primeira vez na Alemanha para a construção de dutos de transporte de gás, desde então, o grau X70 provou ser um material confiável para a implementação de vários projetos de dutos, sendo atualmente o grau de alta resistência mais produzido comercialmente (SICILIANO, 2008; JUNIOR; ROCHA; BRANDI, 2013).

A partir da década de 1980, o resfriamento forçado ou acelerado foi introduzido no final do TMCR, reduzindo a temperatura do aço de 800 para 500 °C, seguido de resfriamento ao ar para a obtenção de microestrutura bainítica. O processo de TMCR seguido de resfriamento acelerado é denominado *Thermo-mechanical Controlled Process* (TMCP) (JUNIOR; ROCHA; BRANDI, 2013).

No Brasil, devido à limitação do pátio industrial, a produção do aço X80 ocorre pelo método TMCR, ou seja, sem o resfriamento acelerado, sendo necessário um ajuste cuidadoso da composição química do aço, com a adição elementos de liga, tais como Ni e Mo, associado com a otimização da sequência de laminação para as características de deformação e de transformação de fase destas ligas modificadas (BOTT; KOJIMA; SAMPAIO, 2003). Contudo, essa maior concentração de elementos de liga é prejudicial durante a soldagem dos dutos, pois aumenta o valor do Carbono equivalente (P<sub>cm</sub>) e encarece o preço do aço. Já os aços X80 modernos são ligados ao Nb e Cr, devido ao alto custo das ferro-ligas FeV e FeMo, com teor de Carbono na ordem de 0,04%. Esses aços são conhecidos com NbCr, e devido ao alto teor de Nb podem ser processados em altas temperaturas pelo processo denominado de *High Temperature Processing* (HTP) seguido de resfriamento acelerado para alcançar o grau X80 (SICILIANO, 2008 ; JUNIOR; ROCHA; BRANDI, 2013).

O grau X80, também, foi utilizado pela primeira vez na Alemanha, em 1985, e tornou-se o aço padrão utilizado na TransCanada a partir da década de 1990. Atualmente este grau vem ganhando espaço em novos projetos, devido à produção de dutos com menor espessura de parede e à redução de custo com material, à medida que sua tecnologia vem sendo completamente dominada (SICILIANO, 2008).

A evolução dos aços API, a partir da segunda metade do século 20, ocorreu de forma paralela com o desenvolvimento de novas rotas de processamento, ou seja, o conhecimento dos conceitos básicos de metalurgia proporcionou o desenvolvimento de sequências de laminação seguidas de resfriamento controlado (acelerado ou não), possibilitando a produção de novos graus API. A evolução dos graus API e das rotas de processamento com o tempo é mostrada na Figura 2.

A tendência mundial, a partir do ano 2000, é na produção dos graus X100 e X120. Esses novos graus podem ser obtidos a partir das liga API X80 pela adição de elementos de liga (Cr, Mo, Cu, Ni e B), pelo aumento da taxa de resfriamento ou pela combinação desses. A microestrutura desses aços é composta por bainita inferior com ilhas de martensita, obtidas principalmente pela combinação de resfriamento acelerado e adição de Boro (JUNIOR; ROCHA; BRANDI, 2013).

Em contrapartida, a elevada resistência mecânica desses aços dificulta a sua conformação em tubos, de modo que é preciso equipamento apropriado às altas cargas de laminação necessárias (HILLENBRAND, 2004).



**Figura 2 -** Desenvolvimento dos aços API 5L ao passar dos anos, com respectivos elementos de microliga e processamento. Fonte: Adaptado de Bai, 2001.

## 3.3 HISTÓRIA DO NIÓBIO

Em 1801, Charles Hatchett (1765-1847), um químico Inglês, analisou uma amostra de um mineral desconhecido do acervo do Museu Britânico, em Londres. Charles Hatchett determinou que este mineral pesado e preto, mais tarde chamado de Columbita e encontrado perto de New London, Connecticut continha uma "nova terra", ou seja, um novo elemento tinha sido encontrado. Ele nomeou este elemento de Columbium em referência à sua fonte sendo América (www.tanb.org).

No ano seguinte, em 1802, Anders Gustaf Ekeberg (1767-1813), em estudos com minerais provenientes de Ytterby, na Suécia, e Kimito, na Finlândia, Gustaf encontrou um elemento desconhecido. O isolamento deste elemento foi uma experiência "tentadora", por isso o chamou de Tântalo em referência a Tântalo, filho de Jupter, da Mitologia Grega (www.tanb.org).

Em 1809, William Hyde Wollaston, um químico britânico, analisou ambas as amostras minerais de Columbita e Tantalita, e afirmou que Columbium e Tântalo eram o mesmo elemento. Não houve disputa a respeito de sua conclusão até 1844 quando Heinrich Rose, um químico alemão, foi capaz de distinguir estes dois elementos enquanto trabalhava com amostras de Tantalita. Ele deu ao elemento o nome de "Niobium", inspirando-se em Níobe - a filha do Rei Tântalo, da Mitologia Grega (www.tanb.org; www.cbmm.com.br/).

Os nomes Columbium e Nióbio foram ambos usados para identificar este elemento por quase um século, com Columbium sendo preferido nas Américas. A União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC) adotou oficialmente Nióbio como o nome para este elemento, em 1950 (www.tanb.org; www.cbmm.com.br).

O pirocloro é o principal mineral a partir do qual o Nióbio é obtido. O maior depósito do mundo está localizado em Araxá, no Brasil, e é de propriedade da Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM), com reservas de aproximadamente de 460 milhões de toneladas, suficientes para suprir a demanda mundial atual por cerca de 500 anos (www.tanb.org).

Outra mina de pirocloro no Brasil é de propriedade e operada pela Anglo American Nióbio Brasil e contém 18 milhões de toneladas. O terceiro maior depósito do mundo no qual o Nióbio é ativamente extraído está em Quebec, no Canadá, de propriedade de IAMGOLD Corp., com recursos medidos e indicados de 2,6 milhões de toneladas (www.tanb.org).

Estas três empresas produzem cerca de 90% da demanda mundial para os produtos de Nióbio, com a maioria da produção sendo na forma de FerroNióbio com teor nominal de 65% de Nióbio utilizados na fabricação de aços de baixa liga e alta resistência (aço HSLA) para diversos segmentos da indústria (www.tanb.org).

Outra fonte de Nióbio é a Columbita. Este minério é encontrado no Brasil, Nigéria e outros países da África central, em geral, associado à Tantalita, sendo chamados de Columbita-Tantalita. Ao contrário do Pirocloro, a Columbita não é processada perto da mina em produtos de metal de Nióbio, mas é transportado, para as mesmas indústrias de processamento que recebem as matérias primas de Tântalo. Nessas indústrias, a Columbita é tratada da mesma forma que a Tantalita e o teor Nióbio é recuperado, juntamente com algum Tântalo. O Nióbio obtido a partir da Columbita é usado principalmente na produção de óxido de Nióbio de alta qualidade e outros produtos químicos de Nióbio. Quantidades muito pequenas de Nióbio também são encontradas nas escórias produzidas a partir da fusão de alguns minérios de estanho (www.tanb.org).

Até a descoberta quase simultânea de depósitos de pirocloro em Oka, no Canadá, e em Araxá, no Brasil, na década de 1950, o uso do Nióbio era limitado pela oferta restrita (era um subproduto da produção do Tântalo dos minérios Columbita/Tantalita), o que resultava em elevados custos. Com a produção primária de Nióbio, o metal tornou-se abundante e ganhou importância no desenvolvimento de materiais de engenharia (www.cbmm.com.br).

O início da corrida espacial, na década de 1950 no auge da Guerra Fria, aumentou muito o interesse pelo Nióbio, o mais leve dos metais refratários, com o desenvolvimento de diversas ligas de Nióbio, como NbTi, NbZr, NbTaZr e NbHfTi, para utilização nas indústrias espacial e nuclear. Magnetos supercondutores empregados nos tomógrafos de ressonância magnética para diagnóstico por imagem, também, são fabricados com as ligas NbTi e Nb<sub>3</sub>Sn (www.cbmm.com.br).

Ainda na década de 1950, foram desenvolvidos aços com maior resistência mecânica e tenacidade pela adição de pequena quantidade de Nióbio ao aço Carbono comum. Estes estudos foram conduzidos no Reino Unido e nos Estados Unidos, levando à utilização em grande escala do conceito de microliga, com grandes vantagens econômicas para os segmentos de construção, na exploração de óleo e gás e na fabricação de automóveis. Em 1958, a Great Lakes Steel entrou no mercado com uma série de aços contendo 400 gramas de Nióbio por tonelada, tornando o aço microligado uma realidade industrial (www.cbmm.com.br).

Os aços microligados são resultados do empenho conjunto da pesquisa e do desenvolvimento conduzidos na indústria e nos laboratórios das universidades, fundamentado a partir de princípios de metalurgia física. Estes materiais fruto de trabalhos iniciados em 1950 representam o uso mais importante do Nióbio na atualidade (www.cbmm.com.br).

## 3.4 FUDAMENTOS DE METALURGIA FÍSICA

A etapa de produção e processamento dos materiais, em geral, leva às mudanças de forma e induz alterações metalúrgicas estruturais e subestruturais. A principal etapa de produção dos materiais metálicos que leva a essas mudanças é a conformação a quente. Diz-se que um metal sofre trabalho a quente quando a

deformação é realizada em temperaturas maiores que 60% da temperatura absoluta de fusão do metal, sendo operantes os mecanismos de amolecimento (MCQUEEN *et al.*, 1995).

Com relação à deformação a quente de metais e ligas metálicas, existem basicamente duas abordagens: processamento termomecânico convencionais, no qual o controle do processo é através apenas das mudanças de forma do componente trabalhado e o processamento termomecânico controlado, no qual também se realiza o controle processo da evolução microestrutural. Este último é definido por passes sequenciais de deformações a quente com parâmetros definidos, seguidos por resfriamento controlado, visando obter microestruturas específicas e, consequente, as propriedades desejadas para a aplicação do componente produzido (DEARDO, 1995).

Existe uma relação bastante significativa entre a microestrutura e as propriedades do material. Propriedades específicas destinadas a determinadas aplicações podem ser obtidas por meio da conformação a quente. A evolução da microestrutura durante o processamento a quente depende da microestrutura inicial e das condições de deformação, ou seja, da: i) temperatura de deformação ou, para uma sequência de passes, a evolução da temperatura com o tempo; ii) taxa de deformação, ou seus valores em função do tempo; e iii) quantidade de deformação imposta, que para uma sequência de passes é determinada pelos níveis das deformações sucessivas e pelos tempos de espera entre passes (SILVA, 2014).

Por sua vez, a microestrutura de um material é resultante da competição entre os mecanismos de endurecimento e de amolecimento que atuam durante o processamento, com a ativação térmica desempenhando um papel fundamental nos dois casos (JORGE JR., 1997).

Quando os fenômenos de amolecimento ocorrem enquanto o material é submetido à aplicação de uma tensão são denominados de dinâmicos e quando ocorrem após o descarregamento ou no intervalo entre passes são conhecidos como estáticos. Existindo, ainda, um fenômeno conhecido como metadinâmico, que também ocorre após o descarregamento, sendo necessário para a ocorrência deste fenômeno a interrupção da deformação com valores acima da deformação crítica para a recristalização dinâmica (SILVA, 2014).

Desse modo, o conhecimento dos eventos metalúrgicos na deformação a quente é de fundamental importância para a obtenção das propriedades desejadas

no aço, pois tais propriedades são fortemente afetadas pelo controle do processo de laminação, e este por sua vez é escolhido e programado de acordo com os eventos metalúrgicos necessários para a obtenção de uma microestrutura definida, responsável por determinar as propriedades finais do material.

## 3.4.1 Mecanismo de Endurecimento

#### 3.4.1.1 Encruamento

O encruamento aumenta a resistência mecânica do metal ou liga, sendo originado na deformação plástica devido ao aumento do número de discordâncias geradas. O aumento na resistência se deve a interação das discordâncias entre si e outros defeitos enrijecendo o material, ou seja, a tensão gerada na rede limita o movimento das discordâncias, necessitando de uma tensão maior para movimentá-las e deformar ainda mais o material (PADILHA; SICILIANO, 2005; HUMPHREYS; HARTHERLY, 2004).

Para metais com alta energia de falha de empilhamento (EFE) é necessária baixa energia para movimentar as discordâncias, facilitando a ocorrência de escorregamento com desvio (cross-slip) e escalagem (climb) (HUMPHREYS; HARTHERLY, 2004). Já para metais de baixa EFE as discordâncias possuem baixa mobilidade acarretando em um acúmulo de discordâncias na rede (PADILHA; SICILIANO, 2005). Tais distribuições são importantes para os fenômenos de amolecimento que serão discutidos a seguir, pois os defeitos internos no material são energeticamente a força-motriz responsável pelos mecanismos de amolecimento (HUMPHREYS; HARTHERLY, 2004).

#### 3.4.2 Mecanismos de Amolecimento

#### 3.4.2.1 Recuperação Estática

O processo de recuperação estática refere-se à mudança estrutural na ausência de deformação, isto é, no intervalo entre passes ou ao término da deformação. Essa mudança estrutural consiste na diminuição da quantidade de defeitos, principalmente discordâncias, sendo que tal diminuição ocorre por rearranjo e aniquilação das discordâncias (DEARDO, 1995).

Em temperaturas maiores que 0,4 T<sub>f</sub> as discordâncias, criadas anteriormente durante a deformação, movem-se por escalagem e deslizamento cruzado, devido à necessidade de maior ativação térmica. Tais discordâncias formam as paredes das células de subgrãos, esse processo é denominado poligonização (HUMPHREYS; HARTHERLY, 2004; MCQUEEN; RYAN, 2002; CHO; KANG; JONAS, 2001).

Temperatura, deformação e taxa de deformação são variáveis que aumentam a taxa de recuperação, já que um aumento na temperatura provoca um aumento da ativação térmica, e um aumento tanto na deformação quanto na taxa de deformação aumentam a densidade de discordâncias promovendo mais interações entre elas (HONEYCOMBE, 1984).

#### 3.4.2.2 Recuperação dinâmica

Quando o material sofre deformação plástica, há aumento na densidade de discordâncias. Esse aumento faz com que ocorram mais interações entres elas favorecendo o seu rearranjo e/ou aniquilação por meio de escalagem e deslizamento cruzado, ou seja, a recuperação dinâmica está relacionada com a geração, rearranjo e aniquilação de discordâncias durante a deformação plástica do material (HUMPHREYS; HARTHERLY, 2004; DOHERTY *et al.*, 1997).

Em metais com alta EFE é predominante a recuperação dinâmica. A elevada mobilidade das discordâncias permite que a taxa de aniquilação de discordâncias seja igual à taxa de geração de discordâncias caracterizando o estado estacionário, mesmo para pequenas deformações (DIETER; KUHN; SEMITIAN, 2003), refletindo em tensão de escoamento constante na curva de tensão equivalente versus deformação equivalente, Figura 3.

Em metais e ligas de baixa ou moderada EFE as discordâncias não possuem mobilidade para igualar a taxa de aniquilação com a taxa de geração das mesmas, ou seja, durante a deformação o material acumula defeitos que atuam como potencial termodinâmico para a recuperação dinâmica (DIETER; KUHN; SEMITIAN, 2003).



Figura 3 – Curva típica de escoamento plástico de materiais que sofrem apenas recuperação dinâmica.

## 3.4.2.3 Recristalização Estática

Assim como a recuperação estática, a recristalização estática ocorre após a deformação e está associada ao movimento de contornos de alto ângulo e pode ser descrita em duas etapas, nucleação e crescimento (HONEYCOMBE, 1984; REED-HILL, 1982).

A nucleação é um processo termicamente ativado e ocorre em locais onde a deformação é acentuada, isto é, nos contornos de grão e de maclas, bandas de deformação e inclusões (CHO; KANG; JONAS, 2001; HONEYCOMBE, 1984). Os processos de nucleação podem ser explicados por três mecanismos distintos:

a) Crescimento de subgrão ou poligonização – Os núcleos são formados por crescimento de células ou subgrãos, originados pelo rearranjo das discordâncias que formam estruturas celulares por poligonização. Na medida em que as células crescem, mais discordâncias são acumuladas nas paredes, dando origem a contornos de alto ângulo.

b) Coalescimento de subgrãos – Esse mecanismo é observado através da microscopia eletrônica de transmissão. Esse processo ocorre quando um subgrão rotaciona de forma que a desorientação entre a sua rede cristalina e a do subgrão vizinho diminua e o contorno comum entre eles desaparece. Resultando no surgimento de um novo grão com contorno de alto ângulo. c) Migração do contorno de grão induzida por deformação – Quando há um contorno que separa dois grãos que possuem subgrãos de tamanhos diferentes, o contorno pode curvar-se na direção dos grãos que possui subgrãos menores, criando uma região livre de deformação (CHO; KANG; JONAS, 2001; HONEYCOMBE, 1984; REED-HILL, 1982).

Qualquer um desses processos origina um contorno de grão de alto ângulo que pode mover-se para dentro do material deformado (REED-HILL, 1982).

## 3.4.2.4 Recristalização dinâmica

A recuperação dinâmica ocorre quando é atingindo um nível crítico de defeitos (principalmente discordâncias) no interior do material, devido à taxa de geração das mesmas ser maior que a taxa de aniquilação, sendo a energia armazenada nos defeitos suficiente para formar novos grãos livres de deformação (SAKAI, T., 1995).

Para materiais que se recristalizam dinamicamente, a curva tensão versus deformação pode apresentar duas variações sendo constituída de apenas um pico seguido de estabilização da tensão, quando a taxa de deformação é alta e ou a temperatura de processamento é baixa, ou pode apresentar vários picos de tensão, quando a taxa de deformação é baixa e/ou a temperatura de processamento é alta (PADILHA; SICILIANO, 2005; MCQUEEN *et al.*, 1995) conforme mostrado na Figura 4.

A periodicidade também pode ser relacionada com a deformação crítica para a recristalização dinâmica  $\epsilon_c$ , e a deformação para 95% de amaciamento  $\epsilon_x$ , assim quando  $\varepsilon_c > \varepsilon_x$  a recristalização se completa antes que novos grãos comecem a se encruar e iniciem um novo ciclo, já quando  $\varepsilon_x > \varepsilon_c$  significa que vários ciclos de recristalização acontecem simultaneamente (PADILHA; SICILIANO, 2005: MCQUEEN et al., 1995). Mais tarde foi observado que a diferença entre as curvas de recristalização estática e dinâmica está associada com diferentes processos de crescimento de grão, sendo que para materiais que apresentam curva com apenas um pico, ocorre o refino de grão, por um mecanismo conhecido como formação de colares sucessivos (necklacing) e para materiais que apresentam curva com múltiplos picos, ocorre o crescimento de grão (HUMPHREYS; HARTHERLY, 2004; MCQUEEN et al., 1995).



Figura 4 - Curvas de tensão x deformação típicas da recristalização dinâmica. Fonte: PADILHA; SICILIANO, 2005.

A nucleação da recristalização dinâmica tem início em uma deformação crítica, geralmente, no valor de 80% da deformação de pico (SAKAI, T., 1995). É possível ocorrer a diminuição do tamanho de grão, pois o ganho de energia livre causado pelo aumento da área dos contornos de grão é compensado pela diminuição dos defeitos internos, diminuindo a energia livre (MCQUEEN et al,, 1995). Em processos com altas taxas de deformação, nos quais a curva tensão versus deformação possui apenas um pico ocorre o refino de grão via recristalização que se inicia ao longo dos contornos de grão já existentes, pelo mecanismo denominado necklace (PADILHA; SICILIANO, 2005). Após todos os sítios de nucleação do contorno de grão se esgotarem, novos grãos são nucleados dentro do grão original, na interface entre os grãos recristalizados no contorno de grão e no grão original ainda não recristalizado, de modo que o crescimento desses grãos cessa quando encontra o contorno de outro (PADILHA; SICILIANO, 2005; MCQUEEN et al., 1995), conforme ilustrado na Figura 5. Esse mecanismo promove acentuado refino de grão aumentando as propriedades mecânicas dos materiais como resistência e tenacidade.



Figura 5 - Ilustração do refino de grão promovido pela recristalização dinâmica. Fonte: PADILHA; SICILIANO, 2005.

3.4.2.5 Recristalização Metadinâmica

Durante a recristalização dinâmica, após a deformação crítica ser atingida, núcleos são formados, e quando a deformação é interrompida, esses núcleos crescem via migração de contornos de grão. Este mecanismo é conhecido como recristalização metadinâmica (HONEYCOMBE, 1984).

A recristalização metadinâmica diferente da recristalização estática não possui tempo de incubação, pois os núcleos são formados durante a recristalização dinâmica. Consequentemente, as microestruturas recristalizadas dinamicamente, estão sujeitas a um rápido crescimento de grão, após o carregamento por recristalização metadinâmica, podendo resultar em um aumento no tamanho de grão na microestrutura final (BELADI; CIZEK; D., 2010).

Após a recristalização dinâmica três mecanismos continuam atuando no material: recuperação estática, recristalização estática e recristalização metadinâmica. A recristalização metadinâmica atua nos núcleos originados na recristalização dinâmica enquanto a recuperação e a recristalização estática atuam no restante do material (PADILHA; SICILIANO, 2005).

#### 3.4.3 Interação entre precipitação e recristalização

Os precipitados, formados pela combinação dos elementos microligantes (Nb, Ti, V, Mo e AI) com Carbono (C) e/ou Nitrogênio (N), podem retardar ou suprimir a recristalização estática, obedecendo dois critérios: i) o tamanho de partícula e espaçamento entre elas devem ser menores que os valores críticos apropriados; ii) uma fração volumétrica mínima de precipitados é necessária para manter o espaçamento abaixo do valor crítico. Isso significa que uma dispersão fina de precipitados retarda a recristalização via ancoramento dos contornos, da subestrutura de discordâncias, e por restrição ao crescimento de grão (GLADMAN, 1966).

Na austenita, pode-se encontrar três tipos de precipitados: i) os que não são dissolvidos durante o encharque; ii) aqueles que são formados durante a deformação; e iii) os formados após a deformação. Para o estudo da interação entre precipitação e recristalização apenas os dois últimos tipos de precipitados são de interesse, pois os precipitados que não são dissolvidos têm pouco efeito na recristalização (JORGE JR., 1997).

A precipitação ocorre quando a supersaturação alcança um valor crítico para compensar as interfaces e distorções elásticas na rede, devido ao surgimento do precipitado. Para a austenita não deformada o nível crítico de supersaturação é alto, porém durante o processamento termomecânico a deformação da matriz gera sítios de nucleação e a precipitação ocorre para níveis menores de supersaturação. Dessa forma, a precipitação é induzida por deformação e ocorre em sítios de alta energia livre como bandas de deformação e contornos de grãos e subgrãos (SOUSA, 1996).

Adicionalmente, a precipitação ocorre por mecanismos difusionais, isto significa que a precipitação ocorre com maior facilidade em altas temperaturas, porém o potencial dinâmico para a precipitação é maior em baixas temperaturas, devido ao aumento da supersaturação. Dessa forma, há uma temperatura na qual a cinética de precipitação é máxima (MEDINA *et al.*, 1999).

Além da contribuição em forma de precipitados, os elementos microligantes auxiliam no retardamento da recristalização em solução sólida, por meio do efeito de arraste, em oposição a força motriz para a recristalização (BAI *et al.*, 1993; XIAO *et al.*, 2012).

#### 3.4.3.1 Força motriz para a recristalização

A força motriz para a recristalização estática é resultado da diferença na densidade de discordâncias entre subgrãos austeníticos adjacentes (GLADMAN, 1966). Para balancear a energia de deformação, os contornos de grãos projetam-se dentro dos grãos de alta densidade de discordâncias, Figura 6. Esse mecanismo para a nucleação da recristalização é conhecido por migração de contornos de alto ângulo, sendo proposto por Berk e Sperry (RIOS *et al.*, 2005).



**Figura 6 -** Representação esquemática da nucleação por migração de contornos de alto ângulo induzida por deformação. (a) Condições para a ocorrência da migração (b) migração (c) formação de região livre de defeitos. Fonte: Adaptado de RIOS, 2005.

Quantitativamente, a força motriz para a recristalização tem sido descrita como:

$$F_{MRX} = \frac{\mu b^2 \Delta \rho}{2} \qquad \qquad Eq. 1$$

onde μ é o módulo de cisalhamento, b é o vetor de Burger e Δρ é a variação na densidade de discordâncias entre os lados do contorno móvel (SOUSA, 1996; SANTOS, 1998).

## 3.4.3.2 Força de Ancoramento para a Recristalização

Durante o crescimento dos grãos, as partículas de segunda fase presentes na matriz, atuam de forma a impedir o movimento dos contornos, diminuindo a energia efetiva do contorno. Esta diminuição acontece porque a área superficial da segunda fase substitui uma parte do contorno de grão (SOUSA, 1996). Gladman (1966), assumindo que os contornos movem-se rigidamente através de um arranjo regular de partículas esféricas, definiu quantitativamente a força de ancoramento para cada partícula como:

$$F_{AN} = 4rYN_s$$
 Eq. 2

onde r é o raio da partícula, Y é a energia interfacial por unidade de área de contorno, e  $N_s$  é o número de partículas por unidade de área do contorno.

Quando  $F_{AN} > F_{MRX}$  a recristalização e/ou o crescimento de grão na austenita deformada a quente é inibida pelo completo ancoramento dos contornos de grão. No outro extremo para  $F_{AN} < F_{MRX}$  os precipitados não tem efeito significativo na migração dos contornos, contudo quando  $F_{AN} < F_{MRX}$  e as magnitudes são comparáveis, o contorno avança com velocidade reduzida (SANTOS, 1998).

## 3.4.3.3 Diagrama Recristalização-Precipitação-Tempo-Temperatura (RPTT)

Para o melhor entendimento do efeito da precipitação na recristalização Hansen et al. propuseram um diagrama esquemático de recristalização-precipitaçãotempo-temperatura (RPTT), no qual as curvas de cinética de recristalização e precipitação são superpostas, como pode-se ver na Figura 7.

No diagrama referido,  $P_s$  representa o início da precipitação, assim como  $R_s$  e  $R_f$  representam o início e o fim da recristalização, respectivamente.  $T_0$  e  $T_{nr}$  correspondem às temperaturas de solubilização e de não recristalização.

Para temperaturas acima de  $T_0$  não há formação de precipitados, pois nessa faixa de temperatura os elementos de liga encontram-se solubilizados. Esse diagrama é dividido em três regiões diferentes de interação precipitação-recristalização, como se vê na Figura 7.



Figura 7 - Diagrama recristalização-precipitação-tempo-temperatura. Fonte: Adaptado de Hansen, 1980.

Região I, a recristalização tem início e fim, antes do início da precipitação, pois em altas temperaturas os elementos de liga estão dissolvidos, portanto não há interação entre precipitação-recristalização nessa região.

Região II, a recristalização é retardada pela precipitação, que ocorre em tempos menores devido à formação de novos sítios após a deformação, deslocando a curva de precipitação de  $P_s$  para  $P_s^D$ . Assim, a precipitação ocorre depois do início da recristalização e antes que ela se complete, isso é refletido no diagrama, pois a recristalização inicia-se na curva  $R_s$  e termina na curva  $R_f^P$ .

Região III, a precipitação ocorre antes da recristalização, assim o início e o fim da recristalização são retardados, curvas R<sub>s</sub><sup>P</sup> e R<sub>f</sub><sup>P</sup>, portanto os precipitados tem força o suficiente para impedir completamente a recristalização.

#### 3.4.4 Efeito dos elementos microligantes

Cuddy e Raley (1983) realizaram estudos sobre o comportamento do crescimento de grão durante a etapa de reaquecimento em aços baixo Carbono (C-Mn-Si) microligados, com adições de Al, V, Ti ou Nb. Os resultados apresentados mostram que a temperatura de crescimento de grão (temperatura na qual ocorre crescimento anormal ou descontínuo de grão) varia com o tipo e a concentração do elemento microligante. Na Figura 8 é possível observar que as partículas de TiN, mesmo em pequena porcentagem na liga, impedem o movimento dos contornos para altas temperaturas, ou seja, o Ti é o elemento mais efetivo para retardar o crescimento dos grãos austeníticos em relação aos outros.



Figura 8 - Relação entre temperatura crítica para o crescimento de grãos e concentração de microligantes para quatro tipos de aços microligados por diferentes elementos. Fonte: Adaptado de Cuddy e Raley, 1983.

Ainda, foram observadas relações lineares entre a temperatura para o crescimento de grão com a temperatura completa de dissolução dos precipitados para cada grupo de aços (Figura 9), descrita pela equação geral abaixo:

$$T_{CG} = A + B \left[ \frac{Q}{(F - \log(M \cdot C))} - 273 \right]$$
Eq. 3

onde A e B são, respectivamente, o intercepto e a inclinação dos segmentos de reta; Q e F são constantes encontradas em dados de solubilidade publicados; e M e C são as concentrações das espécies que interagem na formação do precipitado.

Como mostrado na Figura 9, os valores da temperatura de crescimento de grão situam-se abaixo da temperatura de dissolução dos precipitados na liga,

contudo, conforme aumenta a temperatura de dissolução do precitado, ou seja, quanto mais estável é o precipitado maior a distância entre essas duas temperaturas.



**Figura 9 -** Relação entre a  $T_{cg}$  e a temperatura de dissolução dos precipitados. Fonte: Adaptado de Cuddy e Raley, 1983.

Outros estudos com relação ao emprego do Titânio em aços microligados relatam a eficiência deste elemento no aumento da tenacidade à fratura da liga para baixas temperaturas e na zona termicamente afetada em aços soldados, em função da quantidade de Nitrogênio presente na liga. A situação mais eficaz é encontrada na proporção estequiométrica de 2:1, na qual são formadas partículas estáveis e dispersas de TiN, enquanto que para maiores valores de Titânio são formadas partículas cúbicas de TiN, grosseiras (visíveis através de microscópio óptico), e partículas de TiC que produzem endurecimento não uniforme e redução da tenacidade da liga (9,11,17).

Em busca de alternativas para determinar a temperatura de não recristalização, T<sub>nr</sub>, Boratto e colaboradores (1988), propuseram a seguinte equação empírica:

$$T_{nr} = 887 + 464C + (6445Nb - 644\sqrt{Nb}) + (722V - 230\sqrt{V}) + 890Ti + 363Al - 357Si$$
Eq. 4

Essa equação relaciona as quantidades e os tipos de elementos microligante dissolvidos na austenita durante o encharque com a  $T_{nr}$ , apresentando excelentes resultados em comparação aos valores de  $T_{nr}$  obtidos experimentalmente. Adicionalmente, investigou-se o efeito individual dos elementos microligantes e concluiu-se que valores de  $T_{nr}$ , maiores que 1050 °C, são obtidos para teores de Nb em torno de 0,06%, e que os elementos Ti, AI e V são menos efetivos do que o Nb no aumento da  $T_{nr}$ .

Em posterior estudo realizado por Bai, D. Q. e colaboradores (1993) sobre os efeitos dos parâmetros de deformação na  $T_{nr}$  com aços ligados ao Nb, a influência do tempo entre passes na  $T_{nr}$  pode ser dividida em três regiões onde são encontrados diferentes mecanismos atuando, Figura 10. Para curtos tempos entre passes, a recristalização é retardada pelo efeito de soluto e a  $T_{nr}$  diminui com o aumento do tempo interpasse. Para tempos intermediários a recristalização sofre influência do aumento da fração de precipitados finos e a  $T_{nr}$  aumenta com o tempo entre passes até o coalescimento desses precipitados quando  $T_{nr}$  decresce com o aumento do tempo entre passes.



**Figura 10 -** Comportamento distinto entre tempo entre passes e T<sub>nr</sub> para três regiões. Fonte: Adaptado de Bai, 1993.

O efeito de arraste dos solutos tem sido extensamente investigado. Átomos de soluto segregados nos contornos de grão (contornos de alto ângulo) retardam o movimentos desses, no entanto o mecanismo detalhado deste processo não é tão simples. Além disso o efeito de arraste dos solutos é influenciado por diversos fatores, tais como taxa de migração dos contornos de grão, difusividade dos átomos de soluto na rede, diferença de tamanho e valência entre os átomos de soluto e os átomos da rede (HEO; BHATTACHARYYA; CHEN, 2011). Adicionalmente, o Nb em solução por meio do efeito de arraste é mais efetivo em retardar a recristalização dinâmica, contudo os precipitados Nb(C,N) são mais efetivos em inibir a recristalização estática (XIAO *et al.*, 2012). Essa afirmação mostra a importância da precipitação induzida por deformação, aumentando a T<sub>nr</sub> e favorecendo a recristalização dinâmica, importante no processamento dos aços microligados ao Nb para que estes alcancem as propriedades desejadas.

Em estudo realizado por Akben e colaboradores (1981) com aços baixo Carbono microligados ao Nb e V, concluiu-se que o Nb é mais efetivo no retardamento da recristalização que o V devido ao efeito de soluto, após o coalescimento dos precipitados. Este efeito é atribuído a diferença eletrônica e à diferença de tamanho entre os átomos Nb e Fe ser maior que entre os átomos de V e Fe. Além disso, a precipitação dinâmica de Nb(C,N) ocorre para tempos menores que a precipitação de VC ou VN apesar da semelhança na cinética de precipitação das duas espécies. Ademais a rara precipitação de VN na austenita deformada e a consequente diminuição da eficácia do V como elemento retardador da recristalização pode ser atribuída ao menor efeito de retardamento do V em solução sólida na taxa de recristalização. Esses fenômenos afetam diretamente o processamento dos aços V, sendo necessária uma menor temperatura de acabamento para que o mesmo efeito dos aços Nb seja obtido, gerando mais desgaste no equipamento devido à maior tensão aplicada para deformar o material em temperaturas mais baixas.

Estudo mais recente, realizado por Santos (1998), sobre a interação entre precipitação e recristalização de aços microligados ao Nb e ao V confirmam o Nb como elemento mais efetivo, pois o retardamento da recristalização ocorre em temperaturas mais altas e em tempos menores daqueles encontrados para os aços microligados ao V. Adicionalmente a precipitação induzida por deformação depende da quantidade de deformação, sendo mais efetiva com deformações maiores nos

aços microligados ao Nb que nos aços microligados ao V, concluindo-se que a interação entre a precipitação induzida por deformação e a recristalização no aço microligado ao V ocorre apenas com pequenas deformações.

#### 3.5 **PROCESSAMENTO**

O capítulo a seguir é dividido em três partes. A primeira, a partir dos fundamentos de metalurgia, serão descritos os principais tratamentos termomecânicos utilizados nas chapas metálicas, afim de garantir as propriedades desejadas por meio de refino de grão e a relação entre processamento a quente com os elementos de liga do material. A segunda e terceira parte, mostram, respectivamente, de forma sucinta o processo de fabricação dos oleodutos segundo a norma API 5L e os processos de soldagem utilizados na fabricação dos oleodutos, com o objetivo de revisar o conhecimento existente até o presente momento.

#### 3.5.1 Tratamento Termomecânico dos aços API 5L

A partir do conhecimento e entendimento dos fenômenos metalúrgicos, alguns apresentados no item 3.4 desta dissertação, foi possível o desenvolvimento de uma série de tratamentos termomecânicos, sobretudo no processo de laminação, com o objetivo de maximizar as propriedades mecânicas do aço, principalmente a tensão de escoamento e a tenacidade a fratura, por meio de refino de grão. Para tanto, é necessário definir os parâmetros do processo e a composição química do aço de modo a controlar os processos de restauração (recuperação e recristalização) e precipitação estática e dinâmica.

A princípio, durante a década de 1960, eram usadas chapas com alto teor de Carbono, em torno de 0,20%, na fabricação de dutos de óleo e gás, o que dificultava o processo de soldagem, além da necessidade de posterior tratamento térmico de normalização. No início da década de 1970 houve um grande avanço na produção dos dutos API com desenvolvimento dos aços microligados, devido a uma nova rota de processamento conhecida como Laminação Controlada Convencional, possibilitando o desenvolvimento do grau X70 microligado ao Nb e V (HILLEBRAND; KALWA, 2002). Na laminação controlada convencional são utilizados como elementos microligantes Nb, V e/ou Ti, envolvendo normalmente três etapas:

- a) No primeiro estágio a laminação é controlada por recristalização estática da austenita, em altas temperaturas acima da T<sub>nr</sub>, ocorrendo grandes reduções, recristalização estática da austenita entre passes e refino da estrutura (LAN *et al.*, 2011).
- b) No segundo estágio a laminação ocorre em temperaturas intermediárias a T<sub>nr</sub> e a A<sub>r3</sub> (temperatura de transformação austenitaferríta). Nesta etapa não ocorre a recristalização estática na austenita sendo a mesma deformada progressivamente à medida que é laminada, formando grãos achatados ou em forma de panqueca. O acúmulo de deformação na austenita gera sítios para a nucleação da ferrita (LAN *et al.*, 2011).
- c) A última fase é o resfriamento podendo este ser ao ar ou acelerado, este último desenvolvido a partir da década de 1980 é conhecido como TMCP (JUNIOR; ROCHA; BRANDI, 2013). A aplicação de taxas de resfriamento rápidas diminuem a temperatura A<sub>r3</sub> e reduzem a precipitação de carbonetos e nitretos na austenita, levando à formação desses precipitados na ferrita. Adicionalmente os grãos ferríticos são menores, pois o crescimento dos contornos de grão é retardado, em baixas temperaturas, pela baixa mobilidade dos contornos (GLADMAN, 1966).

Os elementos microligantes atuam no aumento da T<sub>nr</sub>, por meio da precipitação dinâmica, possibilitando o encruamento da austenita na segunda etapa da laminação controlada convencional. Contudo esta etapa é realizada em baixas temperaturas e com o encruamento da austenita as cargas de laminação tornam-se muito altas, inviabilizando a aplicação desse processo em algumas ocasiões como em linhas antigas ou na produção de chapas grossas, sendo necessárias alternativas para o processamento dos dutos API.

Uma das alternativas é o processamento sob alta temperatura (*High Temperature Processing* - HTP). A utilização de aços com alto teor de Nb, entre 0,60 e 1,00%, eleva a  $T_{nr}$ , permitindo que a temperatura de acabamento seja maior daquela usada na laminação controlada, com consequente redução na carga utilizada nos laminadores (STALHEIM, 2005).

O processo HTP foi originalmente desenvolvido para permitir que laminadores já instalados e com baixa capacidade de carga fosse capazes de produzir chapas com boa tenacidade e, após resfriamento acelerado, boa resistência mecânica. Atualmente, muitas experiências positivas na produção de oleodutos com aços produzidos pelo método HTP por diversas companhias no mundo tem mostrado a versatilidade nesse modo de produção, por exemplo: na substituição de elementos de liga de elevado custo (Cu, Ni e Mo) e manutenção das propriedades de resistência mecânica; na redução da temperatura de transição frágil-dúctil; no aumento da tenacidade à fratura; e na redução dos custos de produção devido ao menor esforço para deformação das chapas em temperaturas finais de laminação mais elevadas (HULKA; BORDIGNON; GRAY, 2003).

Outra possibilidade é a laminação controlada por recristalização (*Recrystallization Controlled Rolling* - RCR). Neste método o refino de grão é obtido por meio de recristalização estática sucessiva durante o intervalo entre passes. Para que a RCR seja bem sucedida deve ser evitado o uso de Nb, pois é indesejado o encruamento da austenita. Ainda é comum a adição de Ti para a formação de partículas finas de TiN, capazes de ancorar o crescimento dos grãos após cada ciclo de recristalização (LAGNEBORG *et al.*, 1999).

## 3.5.2 Fabricação dos Tubos em aço API 5L

Segundo a norma API 5L o processo de fabricação dos tubos utilizados na construção dos dutos para transporte de produtos da indústria de óleo e gás pode ser dividido em duas categorias: sem costura (*seamless*) ou com costura (*welded*) (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, (2013).

Os tubos sem costura são aqueles que não passam por etapas de soldagem durante a fabricação. No que se refere ao processo de produção dos tubos sem costura, verificou-se que existem basicamente três: o processo de extrusão, utilizado principalmente com materiais de alta ductilidade, como Alumínio, Cobre, Aço e Chumbo; o processo de fundição, utilizado para tubos em ferro fundido, e alguns aços especiais não forjáveis; e o processo de produção por tubo penetrante rotativo, por laminação, principal processo da produção de tubos sem costura no segmento de óleo e gás, devido à capacidade de produzir tubos de grande diâmetro; quaisquer

outros além desses são resultantes de algumas modificações (SENAI; CST ARCELOR BRASIL).

Dentre os processos de laminação, o processo de produção por tubo penetrante rotativo ("Rotary tube piercing"), também conhecido como processo Mannesmann, é o mais importante e consiste na fabricação de tubos sem costura longos e de paredes espessas, com diâmetros de 60 a 660 mm e espessura de parede de 3 a 125 mm, por meio da deformação a quente de cilindros maciços. Neste processo, após aquecido a fim de diminuir o limite de escoamento e facilitar a deformação, o cilindro é submetido à um estado cíclico de compressão, gerado pela ação conjunta dos rolos posicionados de forma oblíqua que, também, rotacionam e empurram o cilindro contra um mandril. Devido à componente axial presente no movimento um orifício central é aberto ao longo do cilindro (BRENSING; SOMMER).

E importante que a matéria-prima utilizada na produção dos tubos a partir desse processo apresente baixa quantidade de defeitos e seja de alta qualidade, já que grandes deformações estão envolvidas em sua utilização para esse fim. Após a realização da retirada de material da parte central da barra arredondada, o tubo sem costura ainda não pode ser considerado um produto acabado; em geral, após a realização de tal retirada, o tubo adquire formato inadequado para utilização em campo, ou seja, apresenta diâmetros e espessuras não uniformes e diferentes dos especificados. Dessa maneira, os tubos são submetidos a operações de laminação que empregam cilindros especialmente desenvolvidos para conferir ao tubo antes gerado a forma desejada com o auxílio, ou não, de mandris (SENAI; CST ARCELOR BRASIL).

Já os tubos com costura são aqueles que passam por algum processo de soldagem durante a fabricação. Em geral, tubos utilizados para transporte de petróleo e gás com diâmetro superior a 40 cm são fabricados por conformação a frio de placas metálicas longas (entre 12,2 e 18,3 m), às quais são conformadas em uma forma cilíndrica em quatro operações. Inicialmente, as bordas são prensadas no sentido de curvatura do tubo para acomodar a soldagem ao final da operação, a próxima etapa é a conformação da chapa na forma de U por calandragem e posterior fechamento na forma circular de O por prensagem. O fechamento da chapa em forma de cilindro é realizado por soldagem a arco submerso (SAW - *Submerged Arc Welding*). Na última etapa o tubo é mecanicamente expandido para melhorar a sua circularidade. O processo é denominado UOE, devido às suas três

últimas etapas (conformação da chapa em "U", fechamento em "O" e expansão a frio "E"). Adicionalmente, após soldagem são realizados diversos ensaios não destrutivos na linha de produção para garantir a integridade da solda e do tubo fabricado, conforme Figura 11 (HERYNK *et al.*, 2007).



Figura 11 - Ilustração de uma planta de produção de tubos pelo processo UOE. Fonte: Tenaris.

Os tubos fabricados por processo UOE tem sido amplamente utilizados em oleodutos terrestres, incluindo os oleodutos Trans-Alaska e Trans-Sibéria, e nos últimos 15 anos, também, tem sido cada vez mais utilizado em aplicações offshore onde o colapso sob pressão externa é uma consideração de projeto de fundamental importância, exigindo tubos com alta circularidade. Adicionalmente, devido ao trabalho a frio realizado no processo UOE as camadas internas da chapa são comprimidas, enquanto as externas são tracionadas, portanto, as propriedades do tubo serão diferentes daquelas encontradas nas chapas por influência desta sequência de deformações, que afetarão a microestrutura resultante do material (HERYNK *et al.*, 2007).

Outra alternativa ao processo UOE é a fabricação contínua de tubos a partir de bobinas com solda longitudinal por resistência elétrica (ERW - *Electric Resistance Welding*). A bobina, depois de cortada na largura certa, é conformada a frio por uma série contínua de rolos que comprimem a chapa de baixo para cima e depois lateralmente, como mostra a Figura 12. A soldagem é realizada por corrente elétrica, gerada por dois discos de Cobre que servem como eletrodos, sem nenhuma adição de metal estranho, pois o calor gerado pela corrente funde as bordas unidas do tubo e após a solidificação estas permanecem unidas (SENAI; CST ARCELOR BRASIL).



**Figura 12 -** Aparamento e conformação de chapas, oriunda de uma bobina, em tubos por rolos de laminação verticais e horizontais, para posterior processo de soldagem. Fonte: SENAI; CST ARCELOR BRASIL.

Em geral, os tubos fabricados por processo ERW são utilizados na indústria de petróleo e gás na confecção de dutos de menor diâmetro, principalmente, nos graus API 5L X42 a X55 (MIDSTATE STEEL). Assim como nos tubos UOE os tubos ERW necessitam de diversas etapas de acabamento e inspeção. Um esquema da linha de produção é mostrado na Figura 13.



Figura 13 - Ilustração de uma planta de produção de tubos pelo processo ERW. Fonte: Tenaris.

A fabricação contínua de tubos, também, pode ser realizada através da conformação de bobinas em espiral. Neste caso, a bobina é desenrolada para a retirada de aparas nas arestas laterais danificadas da chapa, em geral resultante do processo de transporte, laminação e/ou bobinamento. Após a remoção das aparas, a chapa é conformada na forma de espiral com um raio de curvatura constante de modo que a largura da bobina represente a distância entre duas espiras, sendo estas unidas no chanfro formado pela união das arestas laterais da bobina de maneira contínua por meio do processo de soldagem a arco submerso (SAW) na parte interna e externa do tubo. Após a soldagem, o tubo formado é separado do restante da chapa, submetido a operações de acabamento e de inspeção, que visa verificar a sanidade do tubo e se ele está apto para uso em aplicações no campo, como ilustrado na Figura 14 (BRENSING; SOMMER; SENAI; CST ARCELOR BRASIL).

Em relação ao processo de produção de tubos na longitudinal (tais como o processo UOE, por exemplo) a vantagem da produção de tubos na helicoidal é a capacidade de fabricar, a partir de uma mesma bobina, tubos com diversos diâmetros. Deste modo, quando necessário produzir tubos com diâmetros distintos basta alterar o ângulo de entrada da chapa no equipamento de conformação – quanto menor ele for, maior será o diâmetro do tubo produzido e, por conseguinte,

menor será o comprimento obtido considerando-se um comprimento fixo da bobina (BRENSING; SOMMER).



**Figura 14 -** Ilustração de uma planta de produção de tubos pelo processo de conformação em espiral com soldagem SAW. Fonte: Tenaris.

# 3.5.3 Soldagem Circunferencial para Construção de Dutos com Tubos Fabricados em Aço API 5L

Após a fabricação das chapas ou bobinas e conformação dos tubos, os dutos são construídos através da união desses segmentos, utilizando-se soldas circunferênciais, muitas vezes realizadas em campo, ou seja, nos locais de utilização dos dutos, como mostra a Figura 15. O processo de soldagem mais comumente empregado para a soldagem circunferencial em campo é por eletrodo revestido (SMAW - *Shield Metal Arc Welding*) devido à facilidade de uso, possibilidade de soldagem em pontos de difícil acesso, possibilidade do uso de soldagem motogeradora, e a não há necessidade de gás de proteção (JUERS, 1998); contudo soldagens por arco submerso (SAW), a arco com proteção por gás (GMAW - *Gas Metal Arc Welding*) e por arame tubular (FCAW - *Flux Core Arc Welding*) também podem ser empregas nessa situação. (HILLENBRAND; KALWA, 2002; PRICE, 1993).

Adicionalmente os processos de soldagem a arco com proteção por gás e por arame tubular na soldagem dos tubos em campo permitem aumentar a produtividade e reduzir os custos de processo, contudo exigem equipamentos mais sofisticados e podem necessitar de gás de proteção. O processo GMAW é mais sensível à composição química do material, isto é, em relação ao Carbono equivalente e ao teor de Boro no metal de base, enquanto o processo FCAW apresenta restrições devido ao aparecimento de defeitos de fusão e, consequente, falta de tenacidade (BAI, 2001).



**Figura 15 -** Soldagem circunferencial de oleoduto em campo realizada por operador. Fonte: Site http://newsroom.lincolnelectric.com/images/9026/media\_gallery/H00004998\_high.JPG.

A soldagem entre seções de tubos para fabricação de dutos, usados para o transporte de produtos petroquímicos, depende do local onde eles serão instalados, ou seja, em terra (*onshore*) ou no mar (*offshore*). Dutos *offshore*, podem ser soldados dentro dos barcos e, na sequência, submersos no leito do mar. Apesar da praticidade da soldagem nos barcos a soldagem em terra destes dutos é mais viável economicamente, além de permitir a inspeção mais detalhada das soldas realizadas,

sendo que para dutos soldados em alto mar, barcos específicos são necessários para realizar o transporte dos dutos (NETTO; BOTTO; LOURENÇO, 2007).

A norma API 1104 (2014), *Welding of pipelines and related facilities*, define os critérios e os requisitos para a execução das soldas circunferenciais em dutos para o transporte de produtos petroquímicos, com o propósito de atender os requisitos de qualidade e boa repetibilidade das juntas soldadas, por meio de métodos para a produção de soldas com soldadores, procedimentos, materiais e equipamentos qualificados. Esta norma abrange também métodos de inspeção para assegurar a análise apropriada da qualidade da solda através do uso de técnicos, equipamentos e critérios de aceitação que podem ser aprovados ou não. A norma API 1104 é aplicada para soldas em construção e em serviço incluindo os processos e técnicas de soldagem a serem utilizados e os procedimentos para ensaio das juntas em tubos de aço Carbono e baixa liga usados para o transporte do petróleo e seus derivados (AMERICAN INSTITUTE PETROLEUM, 2013).

Adicionalmente é senso comum que o teor de Carbono prejudica a soldabilidade dos aços, dessa forma para aços com teor de Carbono abaixo de 0,12%, a norma API 5L (2013) avalia a soldabilidade desses aços através do teor de Carbono equivalente da liga (Pcm) representado pela equação a seguir, sendo que valores abaixo de 0,20% indicam aços de boa soldabilidade.

$$Pcm = C + \frac{Si}{30} + \frac{Mn}{20} + \frac{Cu}{20} + \frac{Ni}{60} + \frac{Cr}{20} + \frac{Mo}{15} + \frac{V}{10} + 5B$$
 Eq. 5

#### 3.5.3.1 Microestruturas da Junta Soldada

Após realização da solda, a forma como as mudanças de microestrutura acontecem na zona fundida ou cordão de solda (CS) e na zona termicamente afetada (ZTA) do metal de base são as resultantes mais importantes do processo, do ponto de vista metalúrgico, de modo que as propriedades encontradas nessas regiões devem ser as mais próximas possíveis daquelas encontradas no metal de base. As mudanças da microestrutura no CS e na ZTA são oriundas dos ciclos térmicos que ocorrem durante a soldagem, ou seja, do aquecimento e do resfriamento. Adicionalmente, a composição química do aço e a taxa de resfriamento são os principais fatores que definem a microestrutura final do aço.

Em uma junta soldada, o CS é a região na qual ocorre a fusão do material, sendo característica uma microestrutura típica de solidificação afetada por elevadas taxas de resfriamento fora da condição de equilíbrio. Durante o resfriamento, diversos constituintes e fases podem ser formadas conforme a taxa de resfriamento e as condições, sendo comumente encontradas microestruturas características de ferrita poligonal, ferrita de Widmanstätten e ferrita acicular, contudo podem ser encontradas pequenas frações de banita, martensita, austenita retida e perlita degenerada (BHADESHIA, 2006).

A ferrita acicular merece destaque, pois este microconstituinte confere a solda excelente tenacidade à fratura, uma propriedade crítica em juntas soldadas. Este microconstituinte nucleia preferencialmente em inclusões não metálicas e cresce radialmente na forma de agulhas, sendo formada durante o resfriamento do metal de solda em temperaturas entre 650 e 500 °C (COSTA E SILVA; MEI, 2006; WAINER; BRANDI; MELLO, 1992).

A ZTA devido à sua proximidade da região soldada é a região na qual ocorre modificação da microestrutura sem que ocorra a fusão do material. Esta região é importante, pois esta é uma zona muito heterogênea e com variação das propriedades ao longo da sua extensão, podendo ser dividida em quatro regiões (BHADESHIA, 2006).

a) Região de crescimento de grão: Essa região está adjacente ao cordão de solda, ou seja, as temperaturas são mais altas na faixa de 1500 a 1100 °C, temperaturas suficientemente altas para transformar toda a ferrita em austenita. O crescimento de grão é função do tempo em que esta região é submetida às altas temperaturas, assim como do resfriamento, de modo que a estrutura de grãos austeníticos grosseiros gera um aumento da temperabilidade e à formação de martensita à temperatura ambiente, reduzindo a tenacidade à fratura dessa região (WAINER, 1992). Adicionalmente, o processo de soldagem pode introduzir hidrogênio atômico na região soldada, sendo que este difunde rapidamente pela ZTA. A fragilização causada por hidrogênio é conhecida como trinca a frio, pois a fratura da junta soldada ocorre após o seu resfriamento, sendo esta mais suscetível quanto maior é a sua dureza (BHADESHIA, 2006).

- b) Região de refino de grão: Esta região é caracterizada pela formação de grãos austeníticos da ordem de 20 a 40 μm, devido às temperaturas da faixa de 1100 a 900 °C, gerando grãos ferríticos ainda mais finos, semelhante ao processo de laminação controlada de chapas de aço, com morfologia desejável e alta tenacidade (BHADESHIA, 2006).
- c) Região parcialmente transformada: Ocorre em temperaturas entre 900 e 750 °C, e nesta faixa de temperatura não ocorre a transformação completa da ferrita em austenita, formando austenita com alto teor de Carbono. Desse modo para a austenita rica em Carbono, duas microestruturas podem ser obtidas conforme a taxa de resfriamento, devido à sua maior temperabilidade. Para altas taxas de resfriamento, a austenita rica em Carbono se transforma em martensita e austenita retida, enquanto que para baixas taxas de resfriamento a austenita pode se decompor em uma mistura de ferrita e cementita grosseiras. Em ambos os casos as partículas duras de martensita e cementita atuam como locais frágeis na microestrutura e são considerados como concentradores de tensão, de modo que essa região apresenta baixa tenacidade à fratura (WAINER; BRANDI; MELLO, 1992; BHADESHIA, 2006).
- d) Região revenida: Para temperaturas abaixo da A<sub>r1</sub> (723 °C), ocorre o efeito de revenimento da microestrutura, sendo possível observar a mudança de morfologia das bandas perlíticas, as quais vão se decompondo e dando origem à perlita degenerada (BHADESHIA, 2006).

## 3.6 FENÔMENO DE FADIGA

O estudo do fenômeno de fadiga é de fundamental importância no projeto de máquinas e estruturas visto que este fenômeno representa cerca de 90% das falhas em materiais metálicos (CALLISTER, 2008). O fenômeno de fadiga pode ser definido como um dano acumulativo, localizado e permanente em materiais submetidos à tensões oscilantes podendo haver falha à tensões muito menores do

que àquela necessária para o rompimento devido a aplicação de uma carga estática (WTIA, 2006).

O desenvolvimento do fenômeno de fadiga pode levar à fratura catastrófica do material, isto é, sem deformação plástica aparente, contudo a fratura por fadiga resulta do desenvolvimento progressivo de uma trinca caracterizada por três etapas distintas: (1) iniciação da trinca, no qual uma pequena trinca se forma em algum ponto de alta concentração de tensão; (2) propagação da trinca, fase em que a trinca avança em incrementos a cada ciclo de tensão; e (3) fratura final, que ocorre a altas velocidades uma vez que a trinca tenha atingido o seu tamanho crítico (CALLISTER, 2008).

As trincas associadas com falhas em fadiga, em geral, se iniciam na superfície da peça, região com mais concentradores de tensão, contudo as trincas podem originar-se no interior dos materiais quando há uma interface, por exemplo, em inclusões e contornos de grão (DIETER, 1981).

No caso de oleodutos soldados para o transporte de produtos petroquímicos, a região da solda é uma região crítica para o início da trinca, pois pode conter defeitos internos que atuam como concentradores de tensão. Adicionalmente os processos de soldagem introduzem tensões residuais na região soldada, enquanto que no transporte de fluídos ocorre variação da pressão interna nos tubos podendo ocasionar cargas cíclicas e facilitar a formação de trincas superficiais resultando na falha em fadiga.

Quando as trincas são iniciadas na superfície livre sem defeitos do material a nucleação das trincas, assim como todo o processo de fadiga, é controlado pela deformação plástica cíclica. A formação de concentradores de tensão microscópicos ocorre pela formação de degraus na superfície do material submetido a carregamento uniaxial que aparece devido à movimentação das discordâncias e à formação de bandas de escorregamento durante a deformação plástica. Quando o material é submetido a carregamento cíclico, ocorre a inversão periódica do sentido de deformação, e os degraus adquirem a forma de reentrâncias, denominadas intrusões e extrusões, como mostrado na Figura 16. O aumento do número de ciclos tornam as reentrâncias mais profundas dando origem às trincas de fadiga (REED-HILL, 1982).


**Figura 16 -** Bandas de deslizamento promovidas por deformação. (A) Deformação unidirecional e (B) deformação alternada. Fonte: Reed Hill, 1982.

Uma vez que uma trinca estável tenha se nucleado, tem início a etapa da propagação da trinca. Essa etapa subdivide-se em dois estágios, conforme ilustra a Figura 17. No estágio I, as trincas crescem lentamente, na ordem de micrometros, orientadas aproximadamente a 45º em relação ao eixo da tensão normal, acompanhando os planos de escorregamento com alta tensão cisalhante. Esse efeito é característico em metais dúcteis, enquanto a trinca e a zona de deformação plástica à frente da ponta da trinca são confinadas dentro de poucos grãos do material. Conforme a trinca vai se propagando, a zona plástica à frente da trinca engloba diversos grãos, de modo que o processo de crescimento de trinca passa a envolver escoamento simultâneo ou alternado ao longo de dois sistemas de deslizamento. Este mecanismo de deslizamento duplo resulta no estágio II de propagação da trinca e o crescimento da mesma passa a ser planar e perpendicular ao eixo da tensão normal. O estágio II pode ser caracterizado por dois tipos de marcas, macroscópicas "marcas de praias" e microscópicas "estrias de fadiga". A primeira pode ser originada através dos diferentes graus de oxidação produzidos nas sucessivas paradas de repouso do equipamento ou pela variação das condições de carregamento, enquanto a segunda são ondulações na superfície de fratura do material e corresponde ao número de ciclos (GODEFROID, 2003; DIETER, 1981). Por fim ocorre a fratura final, e quando a trinca atinge um tamanho crítico o sistema torna-se instável e a secção remanescente não consegue suportar mais a carga aplicada levando à fratura catastrófica do material.



Figura 17 - Estágios I e II da propagação de trinca por fadiga. Fonte: Adaptado de Callister, 2005.

A Figura 18 mostra a superfície característica de um corpo de prova submetido à fadiga. As marcas de praia, característica da região de propagação da trinca, possuem em geral, um aspecto circular ou semicircular semelhantes a nervuras concêntricas que apontam para o local de início de propagação da trinca, enquanto que a região de fratura rápida não há qualquer indício de marcas de praia ou estrias de fadiga podendo esta ser tanto dúctil, com deformação plástica, quanto frágil, sem deformação plástica (Callister, 2005).



Figura 18 - Representação esquemática de uma superfície submetida à fadiga. Fonte: Meyers; Chawla, 2008.

#### 3.6.1 Caracterização Prática da Vida em Fadiga - Curva S-N

Em 1860, o engenheiro alemão August Wöhler, motivado pelas falhas ocorridas em eixos de trens, iniciou uma série de ensaios em corpos de prova com amplitudes de tensões constantes onde o número de ciclos era contado, observando que a falha acontecia para intensidade de carregamento inferior àquelas encontradas nos ensaios estáticos. O resultado desse estudo caracteriza o comportamento à fadiga em termos de amplitude da tensão aplicada versus a quantidade de ciclos, originando as curvas S-N ou curvas de Wöhler (ASM, 1996). A Figura 19 mostra duas curvas S-N características, ou seja, quanto maior a amplitude de tensão, menor o número de ciclos que o material resiste antes de falhar. Para ligas ferrosas e ligas de Titânio, a curva S-N se torna constante para valores elevados de N, curva superior, indicando que abaixo deste nível de amplitude de tensão, chamado de limite de fadiga, a falha não ocorrerá por fadiga, ou seja, a vida à fadiga é dita infinita. A curva S-N de ligas não ferrosas representada pela curva inferior, mostra que não existe um valor abaixo do qual a falha não ocorre, isto porque não existe limite de fadiga para ligas não ferrosas, com exceção das ligas de Ti.



Figura 19 - Representação esquemática de duas curvas S-N. Fonte: SILVA, 2009

Para conhecer o comportamento de uma peça à fadiga, precisa-se definir o tipo de carregamento, a frequência de variação deste carregamento e a razão entre os carregamentos, como simplificado na Tabela 2 (DIETER, 1981).

Amplitude de tensão	$\sigma_a = \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2}$	Representação gráfica
Tensão média	$\sigma_m = \frac{\sigma_{max} + \sigma_{min}}{2}$	$\sigma \land \land \land \land \land \overline{\sigma_{w}} \sigma_{a}^{\dagger}$
Variação de tensão	$\Delta \sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$	$ \left[ \begin{array}{c} & \\ & \\ & \\ \end{array} \right] $
Razão de carregamento	$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}}$	$0 \qquad \qquad$

Tabela 2 - Representação gráfica de um carregamento cíclico e as principais variáveis a serem observadas.

Diferente da representação gráfica mostrada na Tabela 2, há também casos em que a estrutura pode estar submetida a um carregamento aleatório, no qual as tensões cíclicas variam em amplitude, módulo e frequência (Dieter).

A influência da tensão média ( $\sigma_m$ ) também pode ser observada nas curvas S-N, pois para uma dada amplitude de tensão ( $\sigma_a$ ), o aumento da tensão média diminuirá a vida em fadiga do material, ou seja, o material irá falhar para uma menor quantidade de ciclos, como mostra a Figura 20a. O aumento da razão de tensão (R) também diminui a vida em fadiga do material como mostra a Figura 20b.



**Figura 20 -** (a) Efeito da tensão média e (b) efeito da razão de carregamento nas curvas S-N. Fonte: Spinelli *et al.*, 2004.

A obtenção das curvas S-N, por meio do ensaio de fadiga, pode ser elaborada de acordo com as normas ASTM E 606, E 466 e E 739, pois essas práticas servem de guia em atividades de pesquisa, projetos mecânicos e no controle de processos. Por exemplo, a norma ASTM E 606 especifica a confecção dos corpos de prova e controle da deformação durante o ensaio de fadiga de carregamento uniaxial com controle de deformação, enquanto a Norma ASTM E 739 quantifica o número de amostras para os quatro tipos de ensaios e se o número de réplicas foi ou não adequado aos ensaios efetuados, apresentando também um tratamento estatístico dos dados, devido à grande dispersão dos resultados provocado pelas micro-irregularidades geométricas na superfície dos corpos de prova (ASTM, 1991; 1998; 2000).

Apesar de sua grande utilização em engenharia, as curvas S-N apresentam algumas limitações. Esse método não é capaz de separar as etapas de iniciação e de propagação da trinca, trazendo dificuldades na avaliação do comportamento de elementos mecânicos com entalhes acentuados e de estruturas com trincas já iniciadas. A metodologia capaz de acompanhar o estágio da propagação da trinca é a da Mecânica da Fratura, através do conceito do fator de intensidade de tensões (K), sendo uma alternativa para suprir as limitações apresentadas pelas curvas S-N e de grande importância para a análise de propagação das trincas de fadiga (FILHO, 2002).

# 3.7 MECÂNICA DA FRATURA APLICADA À FADIGA

O campo de estudos de Mecânica da Fratura (MF) é um conjunto de teorias que descreve o comportamento de componentes estruturais que contenham descontinuidades, essas podem ser riscos superficiais ou trincas (WANG, 1996). Os primeiros estudos sobre a MF foram iniciados no final do século XIX, Inglis, em 1913, divulgou um estudo, o qual serviu como base para muitos outros pesquisadores importantes na área, como Griffith (1920), Westergaard (1939), entre outros. Desde então o assunto tem ganho maior destaque, diversas fontes podem ser encontradas na literatura, explicando desde aspectos básicos e teóricos a alguns mais avançados e aplicáveis da Mecânica da Fratura, passando por avanços consideráveis, incluindo a automação de ensaios (DOWLING,2007; WANG, 1996). Nas aplicações cotidianas, em geral, os carregamentos aos componentes de engenharia são complexos e alternados, e muitas vezes para garantir a confiabilidade é fundamental ao projeto dos equipamentos de resistência à fadiga passarem por testes de resistência à fadiga, de tal forma que o projetista deva assegurar uma vida à fadiga adequada do componente. Para condições onde são aplicados regimes de fadiga de baixo ciclo, ou seja, com baixos níveis de deformação plástica, a teoria da mecânica da fratura linear elástica fornece um bom modelo para descrever a propagação de trincas por fadiga. Tensões cíclicas de amplitude constante são definidas por três parâmetros, tensão média,  $\sigma_m$ , amplitude de tensão,  $\sigma_a$ , e a frequência  $\omega$ , onde apenas dois parâmetros são necessários para descrever as tensões em um carregamento cíclico de amplitude constante (MANDAI, 2010). Essa teoria introduz o conceito do fator de intensidade de tensões (K), que descreve o campo de tensões nas proximidades da trinca, sendo definido por:

$$K = Y \sigma \sqrt{\pi a}$$
 Eq. 6

onde K é o fator de intensidade de tensões; Y é o fator geométrico da trinca;  $\sigma$  é a tensão uniaxial atuante perpendicular ao plano da trinca; a é o comprimento de uma trinca no interior do material.

Aplicando a MF às solicitações de fadiga, com amplitude de carregamento constante, as tensões cíclicas variam dentro de um intervalo estabelecido entre um valor mínimo e um valor máximo, ou seja, a estrutura é submetida a uma variação de tensão constante  $\Delta\sigma$ , o qual em um corpo de prova trincado, corresponde a uma variação da  $\Delta K$ , representado pela diferença entre K<sub>máx</sub> e K<sub>mín</sub>, denominado amplitude do fator de intensidade de tensões, definido por:

$$\Delta K = \Delta \sigma Y \sqrt{\pi a}$$
 Eq. 7

Durante o carregamento cíclico uma trinca se propaga a uma pequena quantidade a cada ciclo de carregamento, e o crescimento da trinca é diretamente proporcional à amplitude de carregamento, esta por sua vez pode ser relacionada com a taxa de carregamento, que é dada por  $R=\sigma_{min}/\sigma_{max}$ . Sob a ação de carregamentos cíclicos, trincas podem ser iniciadas como resultado de uma

deformação plástica induzida, pois as peças não são isentos de defeitos, isto é, intrinsecamente as peças possuem concentradores de tensão, tais como cantos vivos ou micro riscos. Assim, mesmo para tensões abaixo da tensão de escoamento do material, nos pontos onde há concentradores de tensão, a tensão pode estar acima da tensão de escoamento, iniciando a deformação plástica. Um mecanismo para crescimento de trincas por fadiga é mostrado na Figura 21, mesmo para carregamentos de baixa intensidade há deformação plástica na ponta da trinca causada pelo concentrador de tensões. Essa deformação plástica é provocada pelo escorregamento dos planos cristalinos e o resultado do escorregamento desses planos complementares é uma ponta de trinca não pontiaguda. Em um carregamento cíclico, no momento do descarregamento (ou carregamento de compressão) a ponta da trinca se torna pontiaguda novamente, sendo este um processo irreversível, provocado pela oxidação e desordem do material recentemente exposto ao longo dos planos de escorregamento, conforme a Figura 21. Para os próximos ciclos de carregamento esse processo é repetido diversas vezes, causando um aumento de trinca da ordem de  $\Delta a$  para cada ciclo (DOWLING,2007). Assim, tem-se que a taxa de crescimento da trinca quando um componente é submetido à fadiga pode ser escrita como uma função de  $\Delta K$  e de  $\Delta a$ .



Figura 21 - Ilustração de crescimento de trinca por fadiga. Fonte: MANDAI, 2010.

Na Figura 22, ilustra uma curva típica do tamanho de uma trinca como função do número de ciclos. Observa-se que um mesmo tamanho inicial de trinca e diferente condições de carregamentos, diferentes curvas são obtidas, sendo que a taxa de propagação de trinca, para um dado tamanho de trinca, pode ser obtida pela

derivação no ponto destas curvas, sendo esta taxa diferente para cada condição de carregamento, ou seja, para um tamanho de trinca inicial  $(a_1)$ , existe um  $(da/dN)_1$ ,  $(da/dN)_2 e (da/dN)_3$ .



Figura 22 – Comprimento de trinca em função do número de ciclos para diferentes carregamentos de amplitudes constantes.

Em 1963, Paris e Erdogan, relacionaram a taxa de propagação da trinca com o fator de intensidade de tensões, ver Figura 23, que em um gráfico log-log, apresenta-se como uma sigmoidal. Ela é uma das ferramentas mais importantes para o desenvolvimento de projetos para falha segura, pois através dela pode-se quantificar a resistência à propagação de uma trinca pré-existente de um componente submetido a carregamentos cíclicos. Esta curva pode ser dividida em três regiões: na região I se determinam valores limiares onde as taxas de propagação (*da/dN*) são tão baixas que se espera que não ocorra falha; a região II, amplamente estudada e onde ocorre uma propagação estável da trinca, e; a região III, onde pode ocorrer a propagação instável da trinca e súbita ruptura do material (MANDAI, 2010).

Na região II, a taxa de propagação de trinca pode ser correlacionada pela relação conhecida como equação de Paris:

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m$$
 Eq. 8

onde C e m são constantes dependentes do material, sendo m entre 2 e 4 para materiais metálicos; a é o comprimento de uma trinca no interior do material; N é o número de ciclos; e  $\Delta$ K é fator de intensidade de tensões



**Figura 23** - Ilustração de uma curva da/dn x ΔK. Fonte: MANDAI, 2010.

# 3.8 TRANSIÇÃO FRÁGIL-DÚCTIL

A temperatura de transição frágil-dúctil (TTFD) é uma importante propriedade a ser analisada no projeto de oleodutos e tubulações para petróleo e seus derivados, ocorrendo apenas em metais com estrutura do tipo CCC (cúbica de corpo centrado). A TTFD é a temperatura na qual o modo de fratura muda de cisalhamento para clivagem com o abaixamento da temperatura, devido à inibição dos mecanismos de deformação plástica, fazendo com que o material frature logo após o limite de escoamento ser atingido, resultando no colapso catastrófico da estrutura (DIETER, 1981).

Sabe-se que a ocorrência de transição dúctil-frágil se dá em uma faixa de temperaturas. Desse modo, não existe única maneira para determinar a TTFD, ou seja, diferentes abordagens são descritas na literatura, utilizando as diferentes informações obtidas no ensaio de impacto. Normalmente assume-se que a

temperatura de transição é aquela na qual o material absorve 20J de energia, como proposto pelo U.S. National Bureau of Standards (Callister, 2008).

Garcia et al. (2008) citam como maneira mais comum para determinação da TTDF aquela que estabelece um ponto no qual a energia de impacto atinge um determinado valor. Pode-se também utilizar um ponto correspondente a um percentual de fratura dúctil. Uma decisão extremamente conservadora admitiria que a TTDF ocorreria a uma temperatura onde não ocorre fratura frágil, ou seja, na qual haveria 100% de fratura dúctil.

Outras maneiras possíveis para determinar a TTDF, citando como exemplos:

 a) Temperatura correspondente ao ponto da curva de energia absorvida por temperatura onde se inicia a queda no valor da energia absorvida, também designada por temperatura de transição plástica de fratura;

b) temperatura correspondente ao ponto da curva de energia absorvida por temperatura onde o valor de energia absorvida é igual à média dos dois patamares;

c) temperatura abaixo da qual o material apresenta energia absorvida inferior a um valor pré-estipulado;

d) temperatura acima da qual a fratura é 100% fibrosa;

e) temperatura que produz uma fratura 50% fibrosa e 50% brilhante;

f) temperatura abaixo da qual a fratura é 100% brilhante (temperatura de ductilidade nula) (Davim e Magalhães, 2004).

Atualmente, há aumento no número de aplicações de dutos em condições ambientais severas com temperaturas extremamente baixas, em regiões como a Sibéria e o Alaska, assim como as aplicações *offshore,* às quais apresentam condições ambientais ainda mais severas, pois, além das baixas temperaturas, as tubulações devem permanecer submersas em ambiente potencialmente corrosivo submetidas aos movimentos da maré (SHIN *et al.*, 2007; FASSINA *et al.*, 2011; REVISTA INTERMARKET, 2007). Desse modo a TTFD é um parâmetro de extrema importância para avaliar a integridade dos aços utilizados em oleodutos e gasodutos.

Neste trabalho, foi utilizado o ensaio de impacto Charpy com entalhe em V (CVN), designado pela norma ASTM E 23, em diversas temperaturas para estudar a transição frágil-dúctil e optou-se por definir a TTFD como a temperatura correspondente ao ponto da curva de energia absorvida por temperatura onde o valor de energia absorvida é igual à média dos dois patamares;

O ensaio Charpy consiste em um martelo pendular erguido a uma certa altura definida h, onde o mesmo adquire uma energia potencial gravitacional. Após o martelo ser liberado, ele encontra o corpo de prova na posição em que toda a energia potencial gravitacional é convertida em energia cinética, o choque deve ser forte o bastante para romper o corpo de prova e continuar sua trajetória adquirindo uma nova altura h' representando a energia potencial gravitacional final do pêndulo. Desprezando as perdas por atrito entre os mancais e a resistência do ar, a diferença entre a energia potencial gravitacional inicial e energia potencial gravitacional final corresponde à energia necessária para a quebra do corpo de prova. Desse modo, o ensaio fornece apenas dados qualitativos da energia necessária para quebrar o corpo de prova em função da temperatura, permitindo apenas a comparação entre dois materiais distintos e indicando a temperatura acima da qual um determinado material apresenta fratura dúctil (DIETER, 1981).

Um resultado secundário do ensaio de impacto, o qual permite fácil identificação do comportamento mecânico do material, é a superfície de fratura resultante após o ensaio, sendo estas distinguíveis a olho nu. No patamar superior da curva energia absorvida x temperatura, os metais apresentam fratura dúctil, caracterizada pelo mecanismo de microcavidades, conhecidas como *dimples. E*ssas microcavidades formam uma superfície irregular e fibrosa que absorvem, a luz incidente tendo como coincidência uma aparência escura da superfície de fratura. No patamar inferior da curva de energia absorvida x temperatura, os metais apresentam fratura frágil, caracterizada por clivagem, à qual gera uma superfície de fratura com baixa rugosidade, tendo como consequência uma aparência brilhante à luz incidente devido à alta refletividade dessa superfície.

### **4 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS**

A influência gerada pela adição no teor de Nióbio no aço API5L-X70 será averiguada através do estudo das propriedades mecânicas e microestruturais desse aço em comparação com as propriedades do API5L-X70 comum, e será analisado como isso pode ser refletido na taxa de propagação de trinca nas regiões de solda, ZTA (Zona Termicamente Afetada) e metal base desses materiais. Nesse capítulo serão descritos os procedimentos laboratoriais utilizados para a aquisição dos dados, assim como a preparação dos corpos de prova para os ensaios. Entre eles estão Análise dos Elementos Químicos (ASTM E415); Análise Metalográfica (ASTM E3/ASTME112); Ensaio de Microdureza Vickers (ASTM E384); Ensaio de Impacto Charpy (ASTM E23); Ensaio de Tração (ASTM E8) e Ensaio de Propagação de Trinca por Fadiga (ASTM E647).

#### 4.1 MATERIAL

Este estudo foi elaborado utilizando-se um aço API5L-X70 microligado com dois tipos de porcentagem em peso de Nióbio, 0,06% e 0,09%. Ambos os materiais foram fabricados pelo processo de laminação controlada a uma temperatura média de 700 °C e cedidos pela ACELORMITTAL. O primeiro, denominado neste trabalho de Normal Nióbio (0,06% Nb), fei fornecido na forma de uma chapa com dimensões 16 x 340 x 440 mm; e o segundo, nomeado de Alto Nióbio (0,09% Nb), fornecido através de um tubo conformado por soldagem helicoidal (SAW) com espessura de 14 mm, diâmetro de 823 mm e comprimento de 1500 mm; e também na forma de uma chapa com dimensões 14 x 400 x 400 mm, conforme Figura 24. A composição química desses aços será analisada e comparada com os valores especificados na norma API 5L grau X70, representados na Tabela 1, Seção 3.2.



**Figura 24 -** a) Chapa de 16 mm de espessura do aço API5L-X70 com teor de Nb de 0,06%; b) Tubo de 14 mm de espessura do aço API5L-X70 com teor de Nb de 0,09%; c) Chapa de 14 mm de espessura do aço API5L-X70 com teor de Nb de 0,09%.

A partir das chapas de aço, tanto a de Normal quanto a de Alto Nióbio, foram removidos os corpos de prova para a realização dos ensaios de tração e impacto, e também para análises química e microestrutural.

O tubo contendo Alto teor de Nb e parte da chapa de aço Normal Nb foram separadamente submetidos a um processo de soldagem circunferencial que foi realizado pela PETROBRAS, com condições que simulam a união de tubos de transporte de petróleo e seus derivados, conforme executada em campo. Esse procedimento foi executado para se obter os corpos de prova que foram utilizados nos ensaios de microdureza e propagação de trinca por fadiga, já que os mesmos têm como objetivo avaliar propriedades mecânicas e microestruturais do aço nas regiões de solda, zona termicamente afetada (ZTA) e metal base.

A preparação das amostras para a soldagem seguiu-se conforme a norma API 1104 (2014) e a EPS (Especificação do Procedimento de Soldagem) correspondente à operação, Anexo 1. O primeiro passo desse processo foi segmentar o tubo em três anéis de 500 mm cada um com posterior corte no sentido dos quadrantes, obtendo-se, assim, um total de 12 "calotas". Em seguida, outro corte foi realizado, agora na direção transversal de cada calota, para que as duas metades obtidas pudessem ser posteriormente soldadas, conforme mostrado pela Figura 25.



**Figura 25 -** a) Calotas obtidas pelos cortes do tubo; b) Corte transversal realizado em cada calota; c) Metade das calotas soldadas.

Realizou-se, então, uma solda de vários passes, sendo que o primeiro e o segundo se deram por GTAW (*Gas Tungsten Arc Welding*) e o enchimento foi feito por SMAW (*Shield Metal Arc Welding*), também conhecido por Eletrodo Revestido. Como trata-se de uma solda circunferencial, a união foi feita por meio de uma junta de topo do tipo "meio K", Figura 26, já que essa geometria é a mais vantajosa para o posicionamento do entalhe nos corpos de prova do ensaio de propagação de trinca, pois possibilita que o seu crescimento percorra um único tipo de material, especialmente a ZTA.



**Figura 26 -** Dimensões e geometria da junta do tipo "meio K", utilizada na união das calotas de aço API5L-X70.

Após a união dos tubos por soldagem circunferencial, a amostra foi cortada novamente, agora, em segmentos na direção transversal à solda, Figura 27. A partir das tiras que foram obtidas, extraiu-se 7 corpos de prova, sendo 6 deles destinados aos ensaios de propagação de trinca por fadiga e 1 para o ensaio de microdureza Vickers.



Figura 27 - Corte das amostras soldadas para a extração dos corpos de prova.

A chapa de Normal Nióbio também foi cortada com o auxílio de uma serra de fita na orientação transversal em relação ao processo de laminação, e posteriormente soldada e segmentada, seguindo o mesmo procedimento realizado no tubo. Assim, obtiveram-se, Figura 28, os corpos de prova necessários para os ensaios de propagação de trinca por fadiga e microdureza do aço X70 Normal Nióbio.



**Figura 28 -** a) Chapa de 16 mm de espessura do aço API X70 Normal Nióbio; b) Corte transversal realizado na chapa; c) Metades das chapas soldadas.

## 4.2 ANÁLISE METALOGRÁFICA

As amostras para análises metalográficas foram retiradas dos materiais unidos por solda circunferencial, dos aços API X70 Normal e Alto Nióbio. A análise metalográfica foi realizada por microscopia óptica em corpos de prova extraídos na forma de pequenos cubos, contendo as três regiões, com o objetivo de se estudar tanto a região da solda quanto a zona termicamente afetada, e comparar suas microestruturas com as dos materiais bases, conforme mostrado na Figura 29





O material fornecido foi cortado em uma máquina de corte de precisão com disco de diamante. Logo após, os corpos de prova foram submetidos a um embutimento em baquelite, seguido de lixamento respeitando a sequência de granulometrias #120, #220, #320, #400, #600, #800 e #1200 até que a superfície estivesse totalmente isenta de riscos profundos, e por último foi feito um polimento com auxílio de uma politriz motorizada e utilizando-se pasta de diamante de 1 µm. Os corpos de prova são mostrados na Figura 30.



**Figura 30 -** Corpos de prova extraídos das chapas de aço API X70 com Normal Nb e Alto Nb e embutidos para análises metalográficas.

Antes da visualização no microscópio óptico, as superfícies das amostras passaram por um ataque químico, sendo imersas por 6 segundos em uma solução de Nital 3%, para que sua microestrutura pudesse ser revelada. A observação da microestrutura do material foi realizada em um microscópio óptico da marca Olympus, modelo BX51M, Figura 31, e as imagens obtidas foram registradas para estudo.



Figura 31 - Microscópio Óptico modelo BX51M, marca Olympus utilizado na análise microestrutural.

Também foi realizada caracterização do tamanho de grão, através do método de interceptação linear de Heyn empregando linhas de testes horizontais, suficientemente longas para obter o valor mais próximo de 50 interceptações, selecionando-se uma combinação de comprimento da linha de teste e ampliação de modo a que um único campo irá proporcionar o número necessário de intercepções. Esse teste permite estimar por meio do número de grãos interceptados o número inteiro mais próximo para o tamanho ASTM, G; contudo, não existe uma relação matemática direta entre o tamanho de grão ASTM, G, e a interceptação linear média. Assim para contornar esse problema foi utilizado o Software Image Analysis da Olympus que modela e calcula através dos parâmetros obtidos o tamanho de grão ASTM, conforme a Norma ASTM E112 (2013).

## 4.3 ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Esse procedimento foi realizado com o auxílio de um espectrômetro de emissão óptica por centelha ARL 3460 - LBM-007 (Figura 32), de acordo com a norma ASTM E 415 (2015) com o objetivo de identificar e comparar a composição química dos aços API5L X70 Normal e Alto Nb entre si e com a especificação da norma API.

A composição esperada do aço API X70 segue de acordo com a Tabela 1, apresentada na Seção 3.2



Figura 32 - Espectrômetro de emissão óptica da marca Thermo Scientific, modelo ARL 3640.

Os corpos de prova foram preparados com dimensões específicas a fim de garantir uma área com medidas suficientes o bastante para a realização das análises ("queima"). Foram utilizados dimensões conforme tabela 3.

	MED					
ΠΡΟ ΑÇΟ		]				
	Α	В				
AÇO API X70 ALTO NIÓBIO	14	40	B B			
AÇO API X70 NORMAL NIÓBIO	16	40				

Tabela 3 - Definição das dimensões dos corpos de prova para realização das análises químicas.

# 4.4 ENSAIO DE TRAÇÃO

Os ensaios foram realizados com a finalidade de caracterizar as propriedades mecânicas em tração dos materiais estudados e verificar a conformidade dessas propriedades segundo os padrões definidos pela norma API5L.

Foram ensaiados 12 corpos de prova, sendo que 6 deles correspondem ao aço microligado com maior Nióbio e os outros 6 ao aço que apresenta teor de Nióbio padrão (Normal Nióbio). Os corpos de prova foram removidos tanto na direção

transversal ao sentido de laminação da chapa (T), quanto na direção longitudinal (L), sendo que três foram ensaiados para cada direção de extração e todos eles foram usinados com dimensão e geometria estabelecidos pela norma ASTM E8M (2015), conforme a Figura 33.



Figura 33 - Dimensões em [mm] e geometria dos corpos de prova utilizados nos ensaios de tração.

Para a realização dos ensaios a temperatura foi controlada e mantida em 23°C e utilizou-se uma máquina Universal de Ensaio EMIC DL 60000, modelo AC1-14, com capacidade máxima de 600 KN, Figura 34. Os corpos de prova foram submetidos a um esforço longitudinal crescente de tração, sofrendo assim uma deformação progressiva até o seu rompimento, de forma que fosse obtida uma curva tensão-deformação. A partir dos resultados foi possível o levantamento de dados de limite de escoamento, limite de resistência à tração e alongamento.



Figura 34 - Máquina Universal de Ensaio EMIC DL 60000, modelo AC1-14, utilizado no ensaio de tração.

#### 4.5 ENSAIO DE IMPACTO CHARPY

Foi através do ensaio de Impacto Charpy que os aços API X70 Alto Nb e Normal Nb tiveram avaliadas suas capacidades em absorver energia após a fratura e a influência da alteração na composição química foi estudada pela comparação dos resultados obtidos. Todo o procedimento foi efetuado segundo a-norma ASTM E23 (2012), em uma máquina da marca LOSENHAUSENWERK, modelo PSW com capacidade de 750 Joules. Primeiramente, utilizaram-se corpos de prova de seção quadrada do tipo "full size" (10 x 10 x 55 mm) para a execução do ensaio, porém, a energia absorvida foi tanta que os mesmos não puderam ser rompidos, invalidando os resultados. Em razão disso, foi feita a escolha de utilizar-se corpos de prova de seção reduzida do tipo "sub-size" com dimensões de 10 x 7,5 x 55 mm, entalhe em V com profundidade de 2,0 mm. Na Figura 35 são mostradas as principais dimensões do corpo de prova.



Figura 35 - Geometria e dimensões dos corpos de prova "sub-size" utilizados no ensaio de Impacto Charpy.

Foram extraídos 60 corpos de prova de cada material, sendo 30 na direção longitudinal e 30 na direção transversal ao sentido de laminação das chapas. Eles foram ensaiados nas temperaturas de 25°C, 0°C, -30°C, -60°C, -90°C e -120°C. Até -60°C, o resfriamento foi conduzido por meio de um banho termostizado, controlado por uma câmara da marca LAUDA, modelo Proline RP1290 e daí em diante os corpos de prova tiveram suas temperaturas gradualmente reduzidas com Nitrogênio líquido + acetona e a temperatura foi controlada com auxílio de um termômetro digital, Figura 36.

O corpo de prova foi mantido em banho de resfriamento, antes do ensaio e para cada temperatura durante 10 minutos, acima do tempo mínimo recomendado pela norma ASTM E23 que são de 5 minutos. Em seguida, o corpo de prova foi retirado com uma pinça e posicionado rapidamente no encosto da base da máquina para a batida do martelo. Este procedimento foi tão rápido que não ultrapassou os 5 segundos recomendados pela norma ASTM E23.



**Figura 36 -** Aparatos utilizados para o controle de temperatura dos corpos de prova no ensaio de impacto Charpy, incluindo banho termostizado e termômetro digital para o controle da temperatura.

Através dos resultados obtidos espera-se obter uma estimativa da tenacidade à fratura dos dois materiais para que se pudesse avaliar a influência da adição de Nióbio no comportamento da curva de transição dúctil-frágil.

### 4.6 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

O processo de soldagem dos tubos é responsável pela formação de uma microestrutura heterogênea no material, fazendo com que as regiões de solda, ZTA e metal base possuam valores diferentes de dureza. Além de quantificar a variação de dureza nessas regiões, o ensaio foi realizado para avaliar se há alguma influência da adição de Nióbio nessa propriedade, já que a concentração de elementos de liga também pode afetar consideravelmente a dureza.

O equipamento utilizado para medir a dureza nas três regiões da junta soldada foi uma máquina LBM-275, através da aplicação de um penetrador de diamante com ângulo de 136º e uma carga de 10 kgf. O método de ensaio adotado foi o Vickers, de acordo com a norma ASTM E384 (2011) e as medições foram efetuadas seguindo um perfil estipulado pela norma N-133 da PETROBRAS, para o tipo de junta meio "K", Figura 37.



Figura 37 - Perfil de dureza Vickers para o tipo de junta meio "K". Fonte: (N-133 da PETROBRAS).

### 4.7 ENSAIO DE PROPAGAÇÃO DE TRINCA POR FADIGA

Este ensaio foi o principal objeto de estudo deste trabalho, e buscou-se obter os coeficientes da Equação de Paris, Equação 8, através do levantamento da curva da/dN *versus* ΔK para o material. Isso permitiu alcançar os valores da taxa de propagação de trinca quando determinadas tensões são aplicadas no aço API X70 para conhecer seu limite antes da ruptura, e ainda nos permite avaliar a influência que a adição de Nb exerceu sobre essa propriedade. Para tal, as amostras obtidas através do corte transversal à junta soldada de cada material foram preparadas para o ensaio.

O primeiro passo foi confeccionar os corpos de prova, do tipo SE(B), segundo o padrão especificado pela norma ASTM E647 (2015). As dimensões e geometria adotadas podem ser visualizadas na Figura 38.



**Figura 38** - Geometria e dimensões dos corpos de prova do tipo SE(B), utilizados no ensaio de propagação de trinca por fadiga. Dimensionamento em [mm].

Dois corpos de prova foram usinados para cada material, um com entalhe posicionado na região de solda, outro na região de ZTA e por último um com entalhe no próprio metal base, conforme a Figura 39. Para garantir que essa exigência fosse

cumprida, foi feita a identificação dessas regiões através de um ataque químico utilizando Nital 3%. Revelada a região soldada, o entalhe foi devidamente usinado em cada corpo de prova na forma de "rabo de andorinha" para facilitar o acoplamento do extensômetro, durante o ensaio. O extensômetro foi utilizado para a aquisição de sinais digitais correspondentes ao deslocamento provocado no corpo de prova devido à carga aplicada, fazendo assim a medição da variação no comprimento da trinca e armazenando os dados adquiridos em computador.



**Figura 39 -** Posicionamento do entalhe nos corpos de prova utilizados no ensaio de propagação de trinca por fadiga. a) Região de Metal Base; b) Região de Solda e c) Região de ZTA.

Antes de executar o ensaio de propagação da trinca, é necessário a colocação de uma pré-trinca por fadiga a partir do entalhe. O tamanho desta pré-trinca deve ser conforme especificado pela norma ASTM E647, pois ao iniciar o ensaio de propagação deve ter-se removido qualquer indício de plasticidade criado durante a usinagem.

Para esse procedimento, os corpos de prova foram submetidos a carregamentos cíclicos aplicados por meio de flexão três pontos, utilizando o dispositivo mostrado na Figura 40. A fim de garantir um crescimento uniforme da pré-trinca em ambos os lados dos corpos de prova e que a mesma atinja o comprimento final esperado, sua propagação foi monitorada não só pelo extensômetro, como também através de observação visual. Para isso, a superfície dos corpos de prova foi polida, foi feito um risco com o comprimento final da pré-trinca (a cada 0,5 mm) utilizando-se um traçador e o procedimento foi então monitorado com o auxílio de uma luneta graduada e uma luminária.



**Figura 40 -** Dispositivos utilizados no ensaio de propagação de trinca por fadiga. a) Monitoramento do crescimento da trinca através da utilização de lupa e iluminação para observação visual; b) Uso de extensômetro.

O ensaio todo, desde o crescimento da pré-trinca até sua propagação final, foi realizado utilizando os mesmos parâmetros (definidos segundo a norma ASTM E647, 2015), e operando-se uma máquina MTS (Servohydraulic Test Systems) Frame 810, com célula de carga de capacidade máxima de 100 KN. Assim, sob controle de carga em amplitude constante, a frequência utilizada foi de 15 Hz, o valor razão de tensão R=0,1, o  $\Delta$ K=13,5 MPa $\sqrt{}$ m e todos esses dados, assim como o progresso do ensaio, foram controlados e registrados pelo programa "*Fatigue Crack Growth*", da própria MTS, Figura 41.



**Figura 41 -** Entrada e saída de dados no programa "*Fatigue Crack Growth*", da MTS para controle do ensaio de propagação da trinca por fadiga.

Feita a pré-trinca, sua propagação até a fratura teve sequência através da aplicação de uma força constante e do aumento gradativo dos valores de  $\Delta K$ . À medida que a trinca crescia, o ensaio procedeu até o início de um crescimento de forma instável. Os valores crescentes de  $\Delta K$  e da/dN, assim como tensões aplicadas e comprimento de trinca, foram exibidos concomitantemente na tela do computador sendo que no final do ensaio, quando ocorreu a completa fratura dos corpos de prova, o gráfico bi-logarítmico de da/dN x  $\Delta K$  foi apresentado juntamente com os dados obtidos.

Dessa forma, a partir da relação linear entre log (da/dN) e log ( $\Delta$ K) na região II de propagação, situada na curva da/dN versus  $\Delta$ K, foi possível fazer uma associação dos dados obtidos com a Equação 8 de Paris e Erdogan (1963),

descrita na seção 3.7 para determinar os valores de C e m e fazer um estudo comparativo a cerca da resposta à adição de Nióbio, obtida pelo aço API X70.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, são apresentados os resultados obtidos e as discussões da análise química, análise microestrutural, ensaio de tração, ensaio de microdureza Vickers, ensaio de impacto Charpy, e ensaio de propagação de trinca por fadiga, utilizando corpos de prova padronizados SE(B).

# 5.1 ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO QUÍMICA

As Tabelas 4 e 5 ilustram os resultados do ensaio para os aços Normal e Alto Nb, respectivamente, com o valor do Carbono equivalente já calculados, conforme Eq. 5.

Tabela 4 - Composição química em porcentagem de peso do aço API X70 Normal Nióbio.

% em Peso	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Мо	Cu
Normal Nb	0,07	0,22	1,77	0,019	0,004	0,15	0,01	0,06	ND
AI	V	Nb	Ti	W	Pb	Sn	В	Fe	P <sub>cm</sub>
0,033	0,001	0,06	0,021	ND	0,003	ND	ND	Base	0,1776

Tabela 5 - Composição química em porcentagem de peso do aço API X70 Alto Nióbio.

% em Peso	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Мо	Cu
Alto Nb	0,04	0,23	1,65	0,017	0,004	0,24	0,26	0,01	ND
AI	v	Nb	Ti	w	Pb	Sn	В	Fe	P <sub>cm</sub>
0,033	ND	0,09	0,017	ND	0,003	ND	ND	Base	0,1472

Comparando os resultados das Tabelas 4 e 5 com a Tabela 1, pode-se concluir que os aços em estudo atendem à norma API 5L para o grau X70. O valor do Carbono equivalente entre os aços é semelhante, de aproximadamente 0,18% para o aço Normal Nb e 0,15% para o aço Alto Nb. Adicionalmente, tais valores satisfazem o limite da norma em questão de 0,25%  $P_{cm}$  máximo (Carbono Equivalente), sendo que quanto menor o valor de  $P_{cm}$  melhor a soldabilidade desses materiais.

# 5.2 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

A identificação das regiões da junta soldada dos referidos aços que serão analisados podem ser observadas na Figura 42, que apresenta de forma bem definida e distinta, a localização do metal base, dos passes de enchimento, raiz e centro solda, e da zona termicamente afetada pelo processo (ZTA).



Figura 42 - Esquema da junta soldada, "meio K", indicando as regiões analisadas de cada aço.

Na análise microestrutural, feita por microscopia ótica, adotou-se simbologia, descrita na Tabela 6, para caracterizar a morfologia e identificar os constituintes do material.

Símbolo	Constituinte				
FP	Ferrita Poligonal				
AF	Ferrita Acicular				
Р	Perlita				
BS	Bainita Superior				
FW	Ferrita de Widmanstatten				

Tabela 6 - Descrição dos símbolos utilizados nas micrografias para a identificação dos constituintes.

A seguir, as Figuras 43 a 46 apresentam detalhes da constituição microestrutural obtidas no material base, na ZTA e no metal de solda (enchimento e raiz), respectivamente. O indíce (A) corresponde ao aço Normal Nb e o indíce (B) corresponde ao aço Alto Nb.





Na Figura 43 pode-se observar que a microestrutura do metal de base é constituída predominantemente por grãos finos de ferrita poligonal com presença de perlita finamente dispersa, em ambos os aços Normal e Alto Nb. Verifica-se também

certo encruamento microestrutural. Também pode-se observar um tamanho de grão levemente menor no aço Normal Nb.



Figura 44 - Micrografias da ZTA para os aços Normal (A) e Alto (B) Nb.

Na Figura 44, pode-se observar que a microestrutura da ZTA é constituída predominantemente por grãos de ferrita poligonal com presença de perlita dispersa, em ambos os aços Normal e Alto Nb. Em especial para o aço Alto Nb, pode-se observar também que nesta região o tamanho de grão aparenta ser maior daquele observado no metal de base e as partículas de perlita são pouco mais grosseiras e acumulam-se preferencialmente nos contornos de grão, o que estaria de acordo com a região recristalizada de granulação grosseira, RRGG, da ZTA e no caso do Normal

Nb (Figura 44), a região analisada seria a região recristalizada de granulação fina, RRGF. Esse efeito, possivelmente, é resultado do aquecimento exagerado sofrido pelo material durante a etapa de soldagem.



**Figura 45 -** Micrografias da região de enchimento do metal de solda para os aços Normal (A) e Alto (B) Nb.

As microestruturas observadas em ambas às soldas na Figura 45, pode-se observar que no aço Normal Nb a microestrutura da região de enchimento do metal de solda é constituída predominantemente por grãos de ferrita poligonal com a presença de perlita dispersa, muito semelhante às micrografias da ZTA; no Aço Alto Nb, a microestrutura da região de enchimento do metal de solda é característica de resfriamento acelerado a moderado, ocorrido após o processo de soldagem, constituída predominante de ferrita poligonal com ilhas de perlita e ferrita acicular dispersas.



(B)

Figura 46 - Micrografias da região de raiz do metal de solda para os aços Normal (A) e Alto (B) Nb.

Na Figura 46, pode-se observar que, no aço Normal Nb, a microestrutura da região de raiz do metal de solda é característica de resfriamento acelerado, ocorrida após o processo de soldagem, constituída predominantemente por ferrita acicular e bainita superior. No aço Alto Nb, a microestrutura da região de raiz do metal de solda é característica de resfriamento lento, constituída predominante de grãos

grosseiros de ferrita poligonal com perlita concentrada nos contornos de grão ferrítico.

Na figura 47 (centro solda), apresenta o aspecto geral da soldagem por múltiplo passes. Neste tipo de soldagem os passes anteriores são afetados pelos passes subseqüentes, sendo que tem-se nova fusão e transformação de fases no estado sólido. As regiões como depositadas apresentam grão colunares, compostos de ferritas com diferentes morfologias, sendo a ferrita acicular e a ferrita de Widmanstatten as de maiores proporções. A região recristalizada de granulação grosseira, RRGG, apresenta microestrutura similar a da região como depositada, mas neste caso os grãos são equiaxiais e grosseiros. Já a região recristalizada de granulação de granulação fina, RRGF, observa-se grãos equiaxiais de ferrita, sabe-se que nesta região tem-se a presença também de microfases (austenita e martensita)



Figura 47 - Microestrutura do centro solda dos aços Alto/Normal Nb (múltiplos passes).

A Figura 48 mostra o diagrama TRC (Transformação por Resfriamento Contínuo) para um aço microligado baixo Carbono, onde pode-se observar como a variação na taxa de resfriamento afeta a microestrutura do material.



Figura 48 - Diagrama TRC de um aço microligado baixo Carbono. Fonte: Adaptado de Metals Hand Book, 1983.

A figura 49 e 50 exemplificam as medições realizadas para o tamanho de grão do metal de base e ZTA, respectivamente para os aços Normal Nb (A e B) e Alto Nb (C e D) obtidos pelo método de interceptação linear de Heyn com o auxílio Software do Imagem Analysis. Pode-se observar comparativamente е qualitativamente maior refino de grão para a região do metal de base e ZTA (região recristalizada de grão fino, RRGF) no aço Normal Nb, com valor de G=17 para ambos MB e ZTA e para o aço Alto Nb foram encontrados G=16 e G=15, nas regiões de metal de base e ZTA, respectivamente. Desta forma, observa-se que ambos os materiais apresentaram tamanhos de grãos bem similares, considerando MB e RRGF da ZTA. Entretanto, deve ser ressaltado que estas medidas são extremamente difíceis de serem realizadas pelo fato de que os contornos de grãos em materiais trabalhados termomecânicamente são heterogêneos, devido ao bandeamento microestrutural que resulta do processo de deformação e recristalização do aço. Outras técnicas mais precisas, como por exemplo, o uso de EBSD, devam ser utilizadas.



(A)



(B)

Figura 49 – Micrografia do Aço Normal Nb, à esquerda, e a direita, método do intercepto para medição do tamanho de grão. (A) Metal Base (B) ZTA.




(D)

**Figura 50** – Micrografia do Aço Alto Nb, à esquerda, e a direita, método do intercepto para medição do tamanho de grão. (C) Metal Base (D) ZTA.

# 5.3 **PROPRIEDADES MECÂNICAS**

## 5.3.1 Ensaio de Tração

Os resultados de limite de escoamento (LE), limite de resistência à tração (LR) e alongamento são apresentados na Tabela 7. A razão entre LE e LR não foi abordada neste trabalho, pois os tubos foram processados via soldagem helicoidal, ou seja, não houve expansão a frio, como no processo UOE (API).

**Tabela 7 -** Resultados obtidos pelo ensaio de tração realizados nos aços X70, Normal Nb e Alto Nb, nas direções longitudinal e transversal ao sentido de laminação.

№ C.P.	Largura [mm]	Espessura [mm]	Limite de Escoamento [MPa]	Limite de Resistência [MPa]	Alongamento [%]
	ENSAIO	TRAÇÃO NA D	DIREÇÃO TRANSVE	RSAL NORMAL N	IÓBIO
CP01	6,05	2,99	541,6	649,2	25,5
CP02	6,04	2,99	544,3	651,3	26,0
CP03	6,05	2,94	528,1	643,2	27,0
MEDIA			538,0 ± 7,1	647,9 ± 3,4	
	ENSAIO	TRAÇÃO NA E	IREÇÃO LONGITU	DINAL NORMAL N	IÓBIO
CP01	6,21	3,06	555,5	657,9	26,0
CP02	6,13	3,04	560,3	664,1	25,0
CP03	6,16	3,05	553,8	662,4	24,5
MEDIA			556,5 ± 2,8	661,5 ± 2,6	
	ENSAI	O TRAÇÃO NA	DIREÇÃO TRANSV	ERSAL ALTO NIÓ	BIO

CP01	6,07	3,06	507,4	613,7	28,5		
CP02	6,11	3,05	510,5	613,1	29,5		
CP03	6,06	3,08	513,9	611,8	29,0		
MEDIA			510,6 ± 2,6	612,9 ± 0,8			
ENSAIO TRAÇÃO NA DIREÇÃO LONGITUDINAL ALTO NIÓBIO							
CP01	6,07	3,04	513,9	616,2	30,0		
CP02	6,06	3,07	526,0	618,7	31,0		
CP03	6,06	3,05	521,0	620,4	28,0		
MEDIA			520,3 ± 5,0	618,4 ± 1,7			

Segundo a norma API 5L (2013), que regulamenta as propriedades mecânicas dos aços utilizados no transporte de petróleo e derivados, os limites de escoamento para o aço API X70 devem estar entre 483 MPa e 621 MPa, e os limites de resistência mecânica entre 565 MPa e 758 MPa. Para a especificação PSL 2, tais limites correspondem à região hachurada na Figura 51. Portanto, a partir da análise dos dados obtidos no ensaio, apresentados na Tabela 7 e Figura 51, verifica-se que os resultados referentes tanto ao aço Alto Nb quanto ao aço Normal Nb se enquadram nos padrões especificados.



**Figura 51 -** Gráfico com os valores médios do limite de escoamento e de resistência dos aços Alto e Normal Nb, nas condições longitudinal e transversal de laminação das chapas.

Adicionalmente, pode-se observar maior resistência no aço Normal Nb, esse comportamento corrobora com as medidas de tamanho de grão obtidas por

microscopia óptica, as quais mostraram que o aço Normal Nb apresenta menor tamanho de grão.

## 5.3.2 Ensaio de Microdureza Vickers

A Tabela 8 exibe as medições de microdureza Vickers realizadas nas regiões de metal base, solda e ZTA dos aços API X70 Alto Nb e Normal Nb, respectivamente, para a região de enchimento e raiz da solda, segundo croqui da Figura 37.

	Lado solda enchimento Normal Nb									
Metal	Zona	termica	mente	Solda			Zona termicamente			Metal
base		afetada						afetada		base
209	236	243	254	242	232	229	243	240	234	212
				Lado solda	enchimer	to Alto N	b			
Metal	Zona	termica	mente		Solda			termicar	nente	Metal
base		afetada		Solda		afetada			base	
218	206	210	220	248	251	245	213	221	216	221
				Lado sol	da raiz No	rmal Nb				
Metal	Zona	termica	mente		solda		Zona termicamente			Metal
base		afetada	l		Joida			afetada	l	base
233	212	217	222		312		240	230	224	224
				Lado se	olda raiz A	lto Nb				
Metal	Zona	termica	mente		solda		Zona	termica	mente	Metal
base		afetada						afetada	l	base
200	205	206	203		181		199	192	179	214

Tabela 8 – Resultados obtidos de microdureza Vickers para os aços Alto e Normal Nb.

A partir dos dados da Tabela 8 foi possível traçar o perfil de dureza nos aços Alto e Normal Nb, em dois gráficos (Figuras 52 e 53) para a região de enchimento e raiz das juntas soldadas, respectivamente, conforme o croqui da Figura 37, identificando as regiões de metal base, solda e ZTA.



Figura 52 - Perfil de dureza para os aços Normal e Alto Nb, na linha do passe de enchimento conforme Figura 36.



Figura 53 - Perfil de dureza para os aços Normal e Alto Nb, na linha do passe de raiz conforme Figura 36.

Através da Figura 52 e 53 é possível avaliar graficamente a tendência de comportamento da dureza nas diferentes regiões da junta soldada. Pode-se observar que as regiões do metal de base, com exceção da solda, apresentam pequena variação de dureza para ambos os aços em estudo, Alto e Normal Nb. Os dados de dureza corroboram com as análises metalográficas as quais foram observadas microestruturas homogêneas constituídas de finos grãos de ferrita poligonal (FP) com presença de perlita (P) finamente dispersa pela matriz para o metal de base. A solda, dentre todas as regiões, estudadas é aquela que apresentou maior diferença microestrutural. Isto se deve às altas velocidades de resfriamento

impostas no processo, similar ao realizado na soldagem circunferencial dos dutos em campo. A região de enchimento da solda do aço Normal Nb apresenta microestrutura semelhante às regiões ZTA e metal base, como indicam os valores de dureza dessas regiões; a região de enchimento da solda do aço Alto Nb apresenta estrutura típica de resfriamento moderado, composta por matriz de ferrita poligonal (FP) com ilhas de ferrita acicular (FA) e perlita (P), resultando em uma dureza ligeiramente superior às demais regiões desse material. A região de raiz da solda para o aço Alto Nb apresenta microestrutura homogênea e grosseira constituída de ferrita com fases dispersas de perlita distribuídas nos contornos de grão, e com dureza similar ao metal de base; a região de raiz da solda para o aço Normal Nb, mostra uma microestrutura composta por ferrita acicular (FA) e bainita superior (BS). Essa microestrutura é típica de um resfriamento acelerado com dureza muito superior à encontrada nas demais regiões do material. Adicionalmente, o material é adequado para a aplicação em dutos, apresentando boa soldabilidade, pois a ZTA e a solda apresentam microestruturas e durezas próximas ao do metal de base. Os dados encontrados são muito próximos, com exceção da medida na solda raiz no Normal Nb. Adicionalmente não foram encontrados pontos duros acima de 35 HRC (350 HV) nos aços em estudo, estando ambos os aços dentro da norma API 5L que rege as propriedades mecânicas para aplicação dos aços em dutos de transporte de petróleo e derivados.

#### 5.3.3 Ensaio de Impacto Charpy

A princípio, o ensaio de impacto Charpy com entalhe em V foi realizado em corpos de prova com secção quadrada 10 x 10 mm, contudo a energia necessária para fraturar os corpos de prova não foi suficiente utilizando o equipamento descrito na Seção 4.5. Segundo a norma ASTM E23 que padroniza o ensaio de impacto Charpy, apenas os CPs fraturados podem ser validados para análise, desse modo a norma possibilita a confecção de corpos de prova "sub-size", com secção quadrada 10 x 7,5 mm. Na Figura 54 são mostrados os corpos de prova, não fraturado (10 x 10 x 55 mm) e fraturado (10 x 7,5 mm).



**Figura 54 -** Corpos de prova, não fraturado e fraturado com secção transversal de 10 x 10 mm e 10 x 7,5 mm, respectivamente.

A seguir são apresentados os resultados de impacto para os CPs "sub-size" para o metal de base dos aços Alto e Normal Nb, nas direções longitudinal e transversal, Tabelas 9 a 12.

Temperatura		Ene	ergia Absorvida	a (J)	
(°C)	CP1	CP2	CP3	CP4	Média
25	240	206	206	191	211
0	211	186	181	186	191
-30	186	221	211	186	201
-60	172	177	147	172	167
-90	142	162	142	162	152
-120	6	5	8	8	7

Tabela 9 - Normal Nb Longitudinal - CP "sub-size".

Tabela 10 - Normal Nb Transversal - CP "sub-size".

Temperatura (°C)		Ene	ergia Absorvida	ı (J)	
	CP1	CP2	CP3	CP4	Média
25	152	147	137	157	148
0	147	147	142	132	142
-30	132	123	132	128	129
-60	113	108	128	123	118
-90	98	93	93	108	98
-120	6	8	7	9	7

Temperatura (°C)		Ene	ergia Absorvida	ı (J)	
	CP1	CP2	CP3	CP4	Média
25	221	196	231	216	216
0	201	206	191	206	201
-30	177	186	191	186	185
-60	181	181	167	162	173
-90	7	13	29	5	13
-120	4	6	4	4	4

Tabela 11 - Alto Nb Longitudinal - CP "sub-size".

Tabela 12 - Alto Nb Transversal - CP "sub-size".

Temperatura (°C)		En	ergia Absorvida	a (J)	
	CP1	CP2	CP3	CP4	Média
25	172	157	177	157	166
0	147	128	142	147	159
-30	118	152	147	137	132
-60	118	128	118	113	119
-90	5	5	5	5	5
-120	5	5	5	5	5

A Figura 55 apresenta os dados, das Tabelas 9 a 12, plotados em um mesmo gráfico.



Figura 55 - Dados experimentais do ensaio de impacto Charpy para os corpos de prova "sub-size".

A princípio pode-se observar que os materiais apresentam valores muito próximos de absorção de energia no patamar superior e distintos na região da temperatura de transição dúctil-frágil, conforme a direção de ensaio. Esse efeito (anisotropia) é esperado, pois no processo de laminação da chapa é conformada em apenas uma direção, e isto gera uma leve orientação na microestrutura do material, suficiente para alterar as suas propriedades, conforme a direção de solicitação.

Os valores de absorção da energia no patamar superior para os aços em estudo, Normal e Alto Nb, apresentam pouca dispersão, no entanto, com relação à temperatura de transição dúctil-frágil os valores apresentam-se bastante afastados. Inicialmente esse efeito poderia ser atribuído à diferença no teor de Nb dos aços em estudo, contudo a microestrutura é o parâmetro mais impactante nessa propriedade, conforme estudos de Shin et. al. (2007), Hwang et. al. (2005), e Kim et. al. (2007).

Shin et. al. (2007) estudou a resistência ao impacto em baixas temperaturas de três aços com composição dentro da especificação API X70, sendo cada um destes três aços processados por rotas distintas, como mostram as Tabelas 13 e 14.

 Tabela 13 - Composição química dos aços. Fonte: Adaptado de SHIN et. al. 2007.

 Aço
 C
 Si
 Mn
 Ni+Mo
 Nb+Ti
 Al
 P+N (ppm)

Aço	С	Si	Mn	N1 + M0	Nb+Ti	AI	P+N (ppm)
A	0.062	0.311	1.56	0.20	0.06	0.023	<100
в	0.045	0.297	1.56	0.37	0.06	0.031	<100
С	0.073	0.230	1.76	0.56	0.05	0.033	<100

Tabela 14 - Condições de processamento dos aços. Fonte: Adaptado de SHIN et. al. 2007.

Aço	Temperatura de reaquecimento (°C)	Temperatura inicial da laminação (°C)	Temperatura final da laminação (°C)	Temperatura inicial do resfriamento (°C)	Temperatura final do resfriamento (°C)	Taxa de resfriamento (°C/s)
A	1113	980	Acima Ar3	Acima Ar <sub>3</sub>		
В	1124	980	Abaixo Ar <sub>3</sub>	Abaixo Ar <sub>3</sub>	440-510	8-14
С	1091	980	Acima Ar <sub>3</sub>	Acima Ar <sub>3</sub>		

No estudo de Shin et. al. (2007) foram utilizados corpos de prova "sub-size" para realização dos ensaios de impacto Charpy, apenas na direção longitudinal. Os valores obtidos para os três materiais possuem pequena variação de energia absorvida no patamar superior e na região da temperatura de transição dúctil-frágil. Segundo os autores, o aço A possui maior energia absorvida no patamar superior (244 J) devido à microestrutura predominante de ferrita acicular e bainita globular, mais resistente que a ferrita poligonal e a bainita superior encontradas nos aços B

(194 J) e C (200 J), respectivamente. Por outro lado, à temperatura de transição dúctil-frágil é maior no aço A (-79 °C) do que nos aços B (-99 °C) e C (-97 °C) por possuir quantidades significantes de bainita globular, levando a maior tamanho de grão efetivo.

Os valores obtidos no estudo de Shin et. al. (2007) são próximos aos obtidos com os materiais, Alto e Normal Nb, estudados no presente trabalho. A energia absorvida para os dois materiais no patamar superior encontra-se em torno de 210J.

A temperatura de transição dúctil-frágil, obtida pelo valor médio dos patamares superior e inferior apresentou propriedades similares as encontradas na literatura. O aço Normal Nb apresentou melhor rendimento, ou seja, menor temperatura de transição em torno de -100 °C, enquanto que o aço Alto Nb teve temperatura de transição dúctil-frágil em torno de -80 °C. Isso deve-se ao menor tamanho de grão efetivo do aço Normal Nb.

Hwang et. al. (2005) estudando novas rotas de processamento para o aço API X70, com apenas uma composição, corrobora com tais resultados. Em seu estudo Hwang e colaboradores obtiveram larga distribuição das temperaturas de transição frágil-dúctil (-84 a -133°C) e da energia absorvida no patamar superior (205 a 337J), algumas inclusive próximas dos materiais em estudo neste trabalho, evidenciando o grande efeito do processamento e da microestrutura final do material.

A conversão dos resultados obtidos nos corpos de prova "sub-size" foi realizada conforme a norma ASTM A370, e o método utilizado para a conversão dos dados pode ser visualizado no Apêndice 1. Nas Tabelas 15 a 18 podem ser visualizados os dados já convertidos.

A conversão dos dados para os corpos de prova ""full size"" possibilitam a comparação com outros estudos, os quais utilizaram corpos de prova nesta condição. Adicionalmente a norma API 5L, para a classe PSL 2, têm como requisito a realização de ensaio à temperatura 0 °C, ou inferior, no qual a média mínima exigida (em um conjunto de três amostras) para a energia absorvida no corpo de prova "full size" é de 27 J na direção transversal ou 41 J na direção longitudinal.

		Ene	raia Absorvida	a (.1)	
Temperatura					
(°C)	CP1	CP2	CP3	CP4	Média
25	322	276	276	256	282
0	283	249	243	249	256
-30	249	296	283	249	269
-60	231	237	197	231	224
-90	190	217	190	217	203
-120	8	7	11	11	9

 Tabela 15 - Normal Nb Longitudinal - CP "full size" (convertido).

Tabela 16 - Normal Nb Transversal - CP "full size" (convertido).

Temperatura		Ene	ergia Absorvida	a (J)	
(°C)	CP1	CP2	CP3	CP4	Média
25	204	197	184	211	199
0	197	197	190	177	190
-30	177	165	177	172	173
-60	151	145	172	165	158
-90	131	125	125	145	131
-120	8	11	9	12	10

 Tabela 17 - Alto Nb Longitudinal - CP "full size" (convertido).

Temperatura		Ene	ergia Absorvida	a (J)	
(°C)	CP1	CP2	CP3	CP4	Média
25	296	263	310	290	290
0	270	276	256	276	269
-30	237	249	256	249	248
-60	243	243	224	217	232
-90	9	17	39	7	18
-120	5	8	5	5	6

Tabela 18 - Alto Nb Transversal - CP "full size" (convertido).

Temperatura (°C)	Energia Absorvida (J)					
	CP1	CP2	CP3	CP4	Média	
25	231	211	237	211	222	
0	197	172	190	197	189	
-30	158	204	197	184	186	
-60	158	172	158	151	160	

-90	7	7	7	7	7
-120	7	7	7	7	7

Conforme os dados mostrados nas Tabelas de 15 a 18, ambos os aços em estudo cumprem os requisitos mínimos da norma API 5L para fabricação de dutos da classe PSL 2. A Figura 56 apresenta os dados, das Tabelas 15 a 18, plotados em um mesmo gráfico.



Figura 56 - Dados experimentais do ensaio de impacto Charpy para os corpos de prova "full size".

Em estudo realizado por Kim et. al. (2007) foram analisadas quatro composições químicas para o grau API X70, variando as quantidades de V e Mo, em três condições de processamento. Como resultado do ensaio de impacto Charpy em corpos de prova "full size" na direção longitudinal a energia absorvida no patamar superior para os aços estudados foi de 190 a 450J, enquanto a temperatura de transição dúctil-frágil foi de -100 a -75 °C. Em comparação aos dados obtidos no presente trabalho, valor convertido para os corpos de prova "full size", obteve-se 290J para a energia absorvida no patamar superior nos aços Alto e Normal Nb; e temperatura de transição dúctil-frágil em torno de -100 °C e -80 °C, para os aços Normal e Alto Nb, respectivamente. Desse modo, pode-se concluir que os aços Normal e Alto Nb estudados neste trabalho se apresentam de acordo aos valores encontrados na literatura para aços similares.

Adicionalmente o estudo de Kim et. al. (2007) destaca a importância da microestrutura dos materiais no aumento da energia absorvida no patamar superior,

afetada principalmente pela estrutura da matriz, e pelo tipo, fração volumétrica e forma da segunda fase, sendo os maiores valores obtidos nas microestruturas mistas compostas de ferrita acicular e ferrita poligonal; já a temperatura de transição dúctil-frágil depende do tipo, do tamanho das fases e, especialmente, do tamanho de grão efetivo, sendo o processamento a variável de maior efeito nas propriedades finais.

## 5.3.4 Ensaio de Propagação de Trinca Por Fadiga

Para formação de uma linha de dutos são necessárias a união de vários tubos e, para isso, os tubos são soldados circunferencialmente em campo como mostrado na Figura 15. Portanto, a região da solda passa a ser o elo mais fraco quanto à integridade estrutural da dutovia, pois ela está mais susceptível a existência e formação de defeitos tipo trinca (trincas, poros, falta de preenchimento, etc...) e a vida do duto depende do tempo que esses defeitos levarão até tornaremse críticos na estrutura. A vida em fadiga depende da taxa de propagação de trincas, e a sua correlação com a variação do fator de intensidade de tensão, necessitando o uso dos conceitos da Mecânica da Fratura Linear Elástica para a sua determinação. Paris e Erdogan foram os primeiros a correlacionar a taxa de propagação de trinca por fadiga, da/dN e a variação do fator de intensidade de tensões (ΔK) na frente de uma trinca, permitindo a análise e comparação do comportamento do crescimento de trincas por fadiga nas três regiões da junta da solda circunferencial dos aços API 5L X70 Normal e Alto Nióbio. Neste trabalho, somente a região II (linear) foi estudada e as Figuras 57 e 59 apresentam respectivamente os resultados das taxas de PTF do material base dos aços Normal (NNb) e Alto Nb (ANb). A Figura 58 e 60, apresentam a superfície de fratura dos corpos de prova ensaiados e a correspondente medida da trinca final que, juntamente com a medida do tamanho da pré-trinca por fadiga, são utilizados para a correção final da curva da/dN x ∆K.

As Figuras 61 e 63 apresentam as curvas da/dN x ∆K, para os metais de solda, relativos as soldas circunferências realizadas em ambos os aços (NNb e ANb), sendo que as Figuras 62 e 64 apresentam as superfícies de fratura dos corpos de prova ensaiados nesta condição. Observa-se que no caso da solda circunferencial realizada no tubo de aço ANb, ocorreu a geração de defeitos internos



que invalidaram os resultados de 02 corpos de prova (CP2 e CP3). Nesta condição somente 01 corpo de prova foi considerado (CP1).

Figura 57 - Taxa de PTF para o metal base do aço normal Nb.



Figura 58 - Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de propagação. a) CP1 e b) CP3.



Figura 59 - Taxa de PTF para o metal base do aço alto Nb.



Figura 60 - Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de propagação. a) CP1 e b) CP2.



Figura 61 - Taxa de PTF para o metal de solda do aço normal Nb.



Figura 62 - Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de propagação. a) CP1 e b) CP2.



Figura 63 - Taxa de PTF para o metal de solda do aço alto Nb.





Figura 64 - Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de propagação. a) CP1 e b) CP2 e c) CP3.

Novamente, foi observado que as curvas correlacionando a taxa de PTF e  $\Delta K$  foram similares, indicando que os processos de soldagem (executados conforme procedimento Petrobrás) produziram microestruturas bastante similares, fato este também comprovado pelos valores de dureza do perfil obtido para as soldas produzidas nos aços NNb e ANb.

A Figura 65 apresenta o resultado da taxa de PTF de 02 corpos de prova ensaiados com a intenção de verificar o comportamento da zona termicamente afetada da solda (ZTA) no aço NNb. A Figura 66 apresenta a superfície de fratura dos dois corpos de prova onde nitidamente são observadas variações no plano da trinca (setas) durante a propagação da trinca. No caso do CP1, observa-se que neste instante a taxa de PTF foi aumentada, enquanto que no CP2 a taxa foi reduzida. Com o intuito de verificar a microestrutura em que a trinca foi propagada, foi realizada análise microestrutural na superfície dos corpos de prova ensaiados em fadiga no caso especifico da propagação pela ZTA. O autor tem entendimento que a variação microestrutural é espacial e que esta pode variar da superfície para o centro do CP, mas também se entende que esta análise pode dar uma boa idéia da composição microestrutural no caminho da trinca. Assim, as Figuras 67-70 apresentam o resultado desta análise no CP1 e as Figuras de 71-73 o resultado no CP2. No caso do CP1 observa-se que a pré-trinca de fadiga estava posicionada em uma região da solda recristalizada (ausência de grãos colunares). A medida que esta foi sendo propagada a trinca saiu desta região e foi para a ZTA (Figura 67 seta).



Figura 65 - Taxa de PTF para a ZTA da solda do aço normal Nb.





**Figura 66 -** Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de propagação. a) CP1 e b) CP2. As setas indicam a variação de plano da trinca na superfície de fratura.



Figura 67 - Avaliação microestrutural no caminho da trinca durante a PTF na ZTA do CP1 do aço normal Nb. A seta indica o início da ZTA.



Figura 68 - Detalhe da figura anterior mostrando as diferentes regiões microestruturais experimentadas pela trinca. ZTA NNb CP1.



**Figura 69 -** Detalhe da figura anterior mostrando a microestrutura da região próxima ao início da PTF. ZTA NNb CP1.



(a) (b) **Figura 70 -** Detalhe da Figura 65 mostrando a microestrutura de uma região de granulação fina na região da solda. ZTA NNb CP1.



Figura 71 - Avaliação microestrutural no caminho da trinca durante a PTF na ZTA do CP2 do aço normal Nb.



**Figura 72 -** Detalhe da figura anterior mostrando as diferentes regiões microestruturais experimentadas pela trinca. ZTA NNb CP2.





(b)

**Figura 73 -** Detalhe da Figura 70 mostrando a microestrutura na região da pré-trinca por fadiga (metal de solda como depositado) e (b) de uma região de granulação fina na solda. ZTA NNb CP2.

No caso do CP2, observa-se que pré-trinca estava localizada na região como depositada (Figura 73a), propagou por uma região recristalizada (Figura 73b) e finalmente para uma região como depositada de microestrutura bastante complexa, não atingindo a ZTA. A Figura 74 apresenta o resultado da curvas de PTF para a ZTA da solda no aço ANb. Inicialmente, para baixos valores de  $\Delta$ K, observase que o CP2 apresenta taxas de propagação superiores a do CP1. A Figura 75 apresenta a superfície de fratura dos 2 CPs ensaiados.



Figura 74 - Taxa de PTF para a ZTA da solda do aço alto Nb.



Figura 75 - Medição da trinca na superfície de fratura para correção da curva de propagação. a) CP1 e b) CP2.

No CP1, Figuras 76 e 77, observa-se que a propagação se deu inicialmente em uma região recristalizada da solda, muito próxima da ZTA, com características microestruturais aciculada (ver Figs. 77 e 78), sendo a seguir propagada pela ZTA (Fig. 79), composta principalmente de ferrita poligonal.



**Figura 76 -** Avaliação microestrutural no caminho da trinca durante a PTF na ZTA do CP1 do aço alto Nb. A seta indica final do ensaio de PTF.



**Figura 77 -** Detalhe da figura anterior mostrando as diferentes regiões microestruturais experimentadas pela trinca. ZTA ANb CP1.



**Figura 78 -** Detalhe da figura anterior mostrando a microestrutura da região próxima ao início da PTF. ZTA ANb CP1.



(a) (b) **Figura 79 -** Detalhe da Figura 75 mostrando a microestrutura de uma região de granulação fina na solda. ZTA NNb CP1.

No caso do CP2, Figuras 80 e 81, observa-se que a pré-trinca por fadiga estava localizada também em região recristalizada da solda, muito próxima da ZTA, com características microestruturais de ferrita poligonal (ver Fig. 82), sendo a seguir propagada pela ZTA (Fig. 81), composta principalmente de ferrita poligonal.

Para baixos valores de  $\Delta K$ , mais próximo a região I da curva de propagação, a influência da microestrutura é mais pronunciada do que para altos valores de  $\Delta K$ . Esta pode ser a razão principal pela diferença no valor da taxa de PTF para valores de  $\Delta K$  entre 10 – 20 MPa.m<sup>1/2</sup>. Outra possibilidade pode ser devida a dificuldade em medir o tamanho real da pré-trinca por fadiga, que pode ter induzido a pequenos erros no valor de  $\Delta K$ . Outra possibilidade pode ser atribuída a diferenças nas tensões residuais oriundas do processo de soldagem. Entretanto, não foi escopo deste trabalho estudar a influência das tensões residuais na taxa de PTF.

A partir dos dados das Figuras 57, 59, 61, 63, 65 e 74 foram obtidos os parâmetros m e C da equação de Paris e Erdogan (região linear) para cada condição microestrutural (metal base, metal de solda e ZTA) e tipo de liga. Estes valores são apresentados na Tabela 19. Assim, a Figura 83 apresenta as retas correlacionando as taxas de PTF com o valor da variação do fator de intensidade de tensão, considerando a região II de propagação e conforme os parâmetros obtidos na Tabela 19. Refletindo a baixa variação dos valores de m e C, observados para todas as condições, observa-se que independentemente do teor de Nb, o MB, MS e a ZTA apresentam taxas de PTF bastante próximas.



Figura 80 - Avaliação microestrutural no caminho da trinca durante a PTF na ZTA do CP2 do aço alto Nb.



Figura 81 - Detalhe da figura anterior mostrando as diferentes regiões microestruturais experimentadas pela trinca. ZTA ANb CP2.



(a)

(b)

**Figura 82 -** Detalhe da Figura 79 mostrando a microestrutura na região da pré-trinca por fadiga (metal de solda como depositado) e (b) de uma região de granulação fina na solda. ZTA NNb CP2.

•

Coeficientes da Equação de Paris e Erdogan						
	Normal Nb		Alto Nb			
	C*	m	C*	m		
Metal Base	5,0 x 10 <sup>-10</sup>	3,73	1,7 x 10 <sup>-9</sup>	3,33		
Metal de Solda	1,3 x 10 <sup>-10</sup>	4,21	6,0 x 10 <sup>-10</sup>	3,62		
ZTA	2,3 x 10 <sup>-10</sup>	4,00	4,9 x 10 <sup>-10</sup>	3,79		

\* [(mm/ciclos)/(MPa.m<sup>1/2</sup>)<sup>m</sup>]

Tem sido observado por outros pesquisadores que a região linear (região II) da curva de PTF, para um mesmo material, por exemplo, aços de alta resistência e baixa liga - ARBL, é pouco sensível a variação microestrutural. Vale a pena observar que, ainda que existam variações microestruturais (principalmente no MS quando comparado com o MB), ambos são constituídos de ferrita, cuja a resistência mecânica, não variou grandemente (vide as medidas de microdureza).



**Figura 83 -** Taxa de PTF, da/dN, em função da variação do fator de intensidade de tensão, ∆K, para o MB, MS e ZTA dos dois aços estudados considerando a região linear (região II).

Similarmente aos resultados obtidos neste trabalho para os dois aços em estudo, a Figura 84 apresenta os resultados obtidos por Beltrão et. Al. (2010), a partir de ensaios em aço API X70 soldado, onde é observado um comportamento similar com relação à variação da taxa de PTF em função da variação do fator de intensidade de tensão para as diferentes regiões, ou seja, MB, MS e ZTA.



Figura 84 - Taxa de PTF, da/dN, em função da variação do fator de intensidade de tensão, ∆K, para o MB, MS e ZTA de aços API X70 (Beltrão e outros, 2010), considerando a região linear (região II).

## 6 CONCLUSÕES

Este trabalho teve por objetivo a avaliação das propriedades mecânicas de tração, impacto e resistência a propagação de trincas em fadiga de dois aços produzidos pela Arcelor Mittal, Tubarão, sendo ambos sem adição de V, um considerado como base com teor de Nb = 0,06 % peso (Normal Nb) e outro com teor de Nb aumentado para 0,09 % peso (Alto Nb). Ambos foram soldados segundo procedimento Petrobrás, sendo estudados a tenacidade ao impacto do metal base e à resistência a fadiga do metal base (MB), metal de solda (MS) e zona termicamente afetada (ZTA).

Da caracterização microestrutural pode-se observar, que ambos os materiais, no MB possuem microestrutura composta principalmente de ferrita poligonal e perlita de granulação bem refinada e deformada (alongadas). Com relação ao metal de solda, em ambos os aços estudados foram observadas microestruturas compostas por ferrita poligonal, ferrita de Widmanstatten, ferrita acicular e grãos colunares. Os tamanhos de grão para a região do MB e ZTA (região recristalizada de grão fino, RRGF) no aço Normal Nb, foram igualmente de G=17 e para o aço Alto Nb foram encontrados G=16 e G=15 (Região recristalizada de granulação grosseira, RRGG), nas regiões de metal de base e ZTA. A similaridade microestrutural reflete em medidas muito similares de dureza tanto no MB, MS quanto na ZTA.

Dos resultados de tração nas diferentes direções (L e T) observa-se que ambos os aços atendem a norma API 5L para o grau X70, sendo que não foram observadas diferenças significativas nos parâmetros de resistência e ductilidade nas direções L e T.

Com relação à tenacidade ao impacto foi verificado que as energias de impacto do patamar superior, nas direções L e T foram similares para os dois aços, sendo que na direção L foram obtidos os mais altos valores de energia. Com relação ao atendimento da referida norma, ambos os aços atendem para 0°C a mínima energia de 27 e 41 J, respectivamente para as direções T e L.

Com relação à resistência a PTF, foi observado que no MB ambos os aços apresentaram valores de C e m da equação de Paris e Erdogan bastante similares, resultado de curvas de propagação muito semelhantes. Com relação à ZTA, observa-se que devido à dificuldade de posicionamento da pré-trinca por fadiga e ao fato que durante a propagação a frente da trinca pode amostrar diferentes microestruturas, em certos casos houve uma pequena discrepância nos valores da taxa de propagação entre os corpos de prova. Entretanto, quando a média dos valores foi considerada, novamente valores similares de C e m foram obtidos e curvas de propagação muito similares ao do MB foram obtidas. No caso do MS, ainda que independam do MB (pois diferem somente pelo teor de Nb), observa-se comportamento em fadiga bastante similar ao MB.

Assim, como conclusão final tem-se que o aço API 5L X70 com Nb modificado, produzido conforme processo desenvolvido pela Arcelor Mittal - Tubarão, apresenta os parâmetros de resistência e ductilidade em tração, resistência ao impacto e resistência a PTF similar aos aços API 5L X70 com teores de Nb= 0,06 % peso e aqueles da literatura com teores de Nb+Ti+V  $\leq$  0,15 % em peso.

## REFERÊNCIAS

ABEGÁS. Associação Brasileira das Empresas Distribuidoras de Gás Canalizado. Disponível em: <www.abegas.org.br>. Acessado em: 21 de jul. 2015.

AKBEN, M. G.; WEISS, I.; JONAS, J. J. Dynamic Precipitation and Solute Hardening in a V Microalloyed Steel and two Nb Steels Containing High Levels of Mn. Acta **Metallurgica**, v. 29, p. 111-121, 1981.

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. API Specification 5L: Specification for Line Pipe, 2013.

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. Disponível em: <a href="http://www.api.org/oil-and-natural-gas-overview/exploration-and-production/alaska/northern-alaska-petroleum-development">http://www.api.org/oil-and-natural-gas-overview/exploration-and-production/alaska/northern-alaska-petroleum-development</a>>. Acessado em: 23 de mar. 2015.

American Society for Testing and Materials - ASTM / E 739 - 91. Standard Pratice for Statiscal Analysis of Linear or Linearized Stress Life (S-N) and Strain Life ( $\epsilon$ -N), 1991.

American Society for Testing and Materials - ASTM / E 466 - 96. Standard Practice for Conducting Constant Amplitude Axial Fatigue Test of Metallic Materials, 1996.

American Society for Testing and Materials - ASTM / E 606 - 98. Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing, 1998.

American Society for Testing and Materials - ASTM / E 647 - 11. Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth, 2011.

ANP. **Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis**, 2015a. Disponivel em: <a href="http://www.anp.gov.br/">http://www.anp.gov.br/</a>. Acesso em: 8 Fev. 2015.

ANP. **Boletim Mensal de Petróleo e Gás Natural**, 2015b. Disponivel em: <a href="http://www.anp.gov.br/?pg=71248">http://www.anp.gov.br/?pg=71248</a>>. Acesso em: 08 Fev. 2015.

ASM HANDBOOK. "*Fatigue and Fracture*". ASM International - The Materials Information Society, section 3, p 227-249, 1996.

ASSIS, C. L. F. et al. **REFINO DE GRÃO EM AÇOS BAIXO CARBONO:** UMA REVISÃO. In: VI Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, 2011, Caxias do Sul. 6 COBEF. Rio de Janeiro: ABCM, 2011. p. 8.

BAI, D. Q. et al. Effect of Deformation Parameters on the No-Recrystallization Temperature in Nb-Bearing Steels. **Metallurgical Transaction A**, v. 24A, p. 2151-2159, 1993.

BAI, Y. Use of High Strength Steel. In: BAI, Y. **Pipelines and Rivers**. 1<sup>a</sup>. ed. Oxford: Elsevier, v. 3, 2001. Cap. 19, p. 353-380.

BAUER, J.; SCHWINN, V.; TACKE, K. H. Recent quality achievements on steel plate for line pipe. La Revue de Métallurgie, Avril 2003. 533-538.

BELADI, H.; CIZEK, P.; HODGSON, P. D. The mechanism of metadynamic softening in austenite after complete dynamic recrystallization. **Scripta Materialia**, v. 62, n. 4, p. 191-194, 2010.

BELTRÃO, M. A. N., CASTRODEZA, E. M., BASTIAN, F. L. Fatigue crack propagation in API 5L X-70 pipeline steel longitudinal welded joints under constant and variable amplitudes. **Fatigue Fract Engng Mater Struct**, 34, p. 321–328.

BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R W. K. **Steels: Microstructure and Proporties**. 3<sup>a</sup>. ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2006. 360 p.

BORATTO, F. et al. Effect of chemical composition on the critical temperatures of microalloyed steels. In: International Conference on Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals. THERMEC-88. 1988. p. 383-390.

BOTT, I. S.; KOJIMA, S. S.; SAMPAIO, M. A. The Develpment of API 5L X80 Steel for Pipelines Productions by TMCP Process. **T&B Petroleum**, Rio de Janeiro, v. 15, p. 68-70, 2003.

BRENSING, KH; SOMMER, В. Steel Tube and Pipe Manufacturing Processes. Salgitter Mannesmann Röherenwerkre. Disponível em: <a href="http://www.smrw.de/downloads/Steel\_tube\_and\_pipe.pdf">http://www.smrw.de/downloads/Steel\_tube\_and\_pipe.pdf</a>>. Acessado em: 05 de abr. 2015.

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais:** Uma Introdução. 7<sup>a</sup>. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

CHO, S.; KANG, K.; JONAS, J. J. The dynamic, static and metadynamic recrystallization of a Nb-microalloyed Steel. **ISIJ International**, v. 41, n. 1, p. 63-69, 2001.

COSTA E SILVA, A. L. V. D.; MEI, P. R. **Aços e Ligas Especiais**. 2<sup>a</sup>. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2006.

CUDDY, L. J.; RALEY, J. C. Austenite grain coarsening in microalloyed steel. **Metallica Transaction A**, v. 14A, p. 1989-1995, 1983.

DAVIM, J. Paulo; MAGALHÃES, A. G. **Ensaios mecânicos e tecnológicos:** inclui exercícios resolvidos e propostos. 2. ed. Porto, Portugal: Publindústria, 2004.

DAVIS, J. R. Alloying: Understanding the basics. Materials Park, Ohio: Asm International, 2011. p. 647.

DEARDO, A. J. Modern Thermomechanical Processing of Microalloyed Steel: A Physical Metallurgy Perspective. **Microalloying' 95 Conference Proceeding** (Pittsburgh). TMS-AIME, Warrendale, p. 15-33, 1995.

DIETER, G. E. Metalurgia Mecânica. 2ª. ed. Rio de Janeiro: Guanabara, 1981.

DIETER, G. E.; KUHN, H. A.; SEMITIAN, S. L. Handbook of Workability and **Process Design**. Materials Park, Ohio: ASM International, 2003.

DOWLING, N. E. Mechanical Behavior of Materials: Engineering Methods for Deformation, Fracture and Fatigue. 3<sup>a</sup> Ed. Upper Saddle River, NJ: Pearson Prentice Hall, 2007.

DOHERTY, R. D. et al. Current issues in recrystallization: a review. **Materials Science and Engineering**, v. A238, p. 219-274, 1997.

FASSINA, P. et al. Influence of Hydrogen and Low Temperature on Pipeline Steels Mechanical Behaviour. **Procedia Engineering**, v. 10, p. 3226–3234, 2011.

FILHO, F. D. M. **Propagação de Trincas de Fadiga em Juntas Soldadas Circunferênciais de Aço API 5L Grau X-65 para Utilização em Risers Rígidos**. (Tese de Doutorado) - Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro , p. 172. 2002.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. Ensaio dos materiais. Rio de Janeiro: LTC, 2008.

GLADMAN, T. On the theory of the effect of precipitate particles on grain growth in metals. **Proc. of the Royal Society of London**, p. 298, 1966.

GODEFROID, L. B. Análise de Falhas – Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 375 p, 2003.

HANSEN, S. S.; VANDERSANDE, J. B.; COHEN, M. Niobium carbonitride precipition and austenite recrystallization in hot-rolled microalloyed steels. **Metallic Transaction A**, v. 11A, p. 387, 1980.

HEO, T. W.; BHATTACHARYYA, S.; CHEN, L. A phase field study of strain energy effects on solute–grain boundary interactions. **Acta Materialia**, v. 59, p. 7800-7815, 2011.

HERYNK, M. D. et al. Effects of the UOE/UOC pipe manufacturing processes on pipe collapse pressure. **International Journal of Mechanical Sciences**, v. 48, p. 533-553, 2007.

HILLENBRAND, H.-G.; KALWA, C. High strength line pipe for project cost reduction. **World Pipelines**, v. 2, n. 1, p. 10, Jan/Fev 2002.

HILLENBRAND, H. G. et. al. Development of High Strength Material and Pipe Production Technology for Grade X120 Line Pipe. International Pipeline Conference, 2004. *Proceedings...* Alberta, Canadá, American Society of Mechanical Engineers, 2004. 9 p.

HONEYCOMBE, R. W. K. **The Plastic Deformation of Metals**. 2<sup>a</sup>. ed. London: Edward Arnold, 1984. 283 p.

HULKA, K.; BORDIGNON, P.; GRAY, J. M. Experience With Low Carbon HSLA Steel Containing 0,006 To 0,10 Percent Niobium. Companhia Brasileira De Metalúrgia e Mineiração (CBMM). Araxá, p. 29. 2003. (Relatório Técnico, Nº 01/04).

HUMPHREYS, F. J.; HARTHERLY, M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena. 2<sup>a</sup>. ed. Oxford: Pergamon Press, 2004. 628 p.

HWANG, B. et al. Effective Grain Size and Charpy Impact Properties of High-Toughness X70 Pipeline Steels. **METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A**, v. 36A, p. 2107 - 2114, August 2005.

INGLIS, C. Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners, Trans. Inst. Naval Architects 55, 219–241, 1913.

JORGE JR., A. M. Análise do Comportamento Mecânico de Aços. (Tese de Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - UFSCar. São Carlos, p. 212. 1997.

JUERS, R. H. Shielded Metal Arc Welding. Welding Brazing and Soldering. Metals Handbook, Vol 6, 10 Ed. American Society of Metals, 1998. p 569-581.

JUNIOR, J. C. S.; ROCHA, D. B.; BRANDI, S. D. Uma Breve Revisão Histórica do Desenvolvimento da Soldagem dos Aços API para Tubulações. **Soldagem & Inspeção**, São Paulo, v. 18, n. 2, p. 176-195, Abr/Jun 2013.

KIEFNER, J. F.; TRENCH, C. J. **Oil Pipeline Characteristics and Risk Factors: Illustrations from the Decade of Construction**. American Petroleum Institute. [S.I.], p. 54. 2001.

KIM, Y. M. et al. Effects of Molybdenum and Vanadium Addition on Tensile and Charpy Impact Properties of API X70 Linepipe Steels. **METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A**, v. 38A, p. 1731 - 1742, August 2007.

LAGNEBORG, R. et al. The Role of Vanadium in Microalloyed Steels. **The Scandanavian Journal of Metallurgy**, v. 28, n. 5, p. 186-241, 1999.

LAN, L. et al. Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Nb-Ti Microalloyed Pipeline Steel. JOURNAL OF IRON AND STEEL RESEARCH INTERNATIONAL. 2011, 18(2): 57-63, v. 18, n. 2, p. 57-63, 2011.
MANDAI, J. T. Determinação dos parâmetros para crescimento de trinca em ligas metálicas: modelagem e experimentação. (Dissertação de Mestrado) - Universidade de Brasília. Brasília, DF, p. 155. 2010.

MCQUEEN, H. J. et al. Hot working characteristics of steels in austenitic state. **Journal of Materials Processing Techonology**, v. 53, p. 293-310, 1995.

MCQUEEN, H. J.; RYAN, N. D. Constitutive analysis in hot working. **Materials Science and Engineering**, v. A322, p. 43-63, 2002.

MEDINA, S. F. et al. Recrystallization-Precipitation Interaction Study of Two Medium Carbon Niobium Microalloyed Steels. **ISIJ International**, v. 39, n. 9, p. 913-922, 1999.

METALS Handbook Welding, Brazing and Soldering Materials. 9<sup>a</sup>. ed. [S.I.]: ASM International, v. 6, 1993.

MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Mechanical Behavior of Materials**. 2<sup>a</sup>. ed. New York: Cambridge University Press, 2008.

MIDSTATE STEEL. How Pipe Is Manufactured. Disponível em: <a href="http://midstate-steel.com/how-pipe-is-manufactured.html">http://midstate-steel.com/how-pipe-is-manufactured.html</a>. Acessado em: 05 de abr. 2015.

NETTO, T. A.; BOTTO, A.; LOURENÇO, M. I. Fatigue performance of pre-strained pipes with girth weld defects: Local deformation mechanisms under bending. **International Journal of Fatigue**, v. 30, p. 1080-1091, Aug 2007.

PADILHA, A. F.; SICILIANO, F. Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura. 3<sup>a</sup>. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2005.

Paris, P. C.; Erdogan, F, "A Critical Analysis of Crack Propagation Laws," **Journal of Basic Engineering**, Trans. ASME, Séries D, 85,4, ASME, 1963, pp. 528-534.

PAULES, J. R. Developments in HSLA Steel products. **JOM-The journal of the minerals, metals & materials society**, January 1991. 41-44.

POORHAYDARI, K..; PATCHETT, B. M.; IVEY, D. G.; Correlation Between Microstructure and Yield Strength in Low-carbon High-strenght Microalloyed Steels. IPC2006-10048. In: **6th International Pipeline Conference**, Calgary, Alberta, Canada, 2006.

PIPELINE & Gas Journal, 2012. Disponivel em: <a href="http://pipelineandgasjournal.com/2012-worldwide-pipeline-construction-report">http://pipelineandgasjournal.com/2012-worldwide-pipeline-construction-report</a>. Acesso em: 05 Fev 2015.

PRICE, J. C. Welding needs specified for X-80 offshore line pipe. **Oil & Gas Journal**, v. 91, n. 51, p. 95-100, Dez 1993.

142

REED-HILL, R. E. **Princípios de Metalurgia Física**. 2<sup>a</sup>. ed. Rio de Janeiro - RJ: Guanabara Dois, 1982.

RIOS, P. R. et al. Nucleation and growth during recrystallization. **Materials Research**, São Carlos, v. 8, n. 3, p. 225-238, July/Sept. 2005.

ROBERTS, W. Deformation, processing and structure.

SAKAI, T. Dynamic recrystallization microstructures under hot working conditions. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 53, p. 349-361, 1995.

SANTOS, J. M. R. D. Interação Entre Recristalização E Precipitação Induzida Por Deformação De Um Aço Microligado Ao Nióbio E Um Aço Microligado Ao Vanádio. (Tese de Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais) - UFSCar. São Carlos, SP, p. 134. 1998.

SENAI; CST ARCELOR BRASIL. Programa de Cetificação Operacional - Tubulação Industrial e Estrutura Metálica. [S.I.], p. 327.

SHIN, S. Y. et al. Correlation of microstructure and charpy impact properties in API X70 and X80 line-pipe steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 458, n. 1-2, p. 281–289, 2007.

SICILIANO, F. Materiais para Gasodutos: Aços de Alta Resistência para Dutos de Transporte de Gás e Petróleo - Tendências Atuais. **Metalurgia & Materiais**, São Paulo , v. 64, n. 588, p. 208 - 2011, Maio 2008.

SILVA, B. L. Estratégia Alternativa para Determinação do Limiar de Propagação de Trincas Através da Teoria da Distância Crítica. (Dissertação de Mestrado) - Universidade de Brasília. Brasília, DF, p. 118. 2009.

SILVA, M. B. D. R. Análise da conformação termomecânica de aços com aplicações ortopédicas. (Tese de Doutorado em Ciência e Engenharia de Materais) - UFSCar. São Carlos. 2014.

SOLEYMANI, V.; EGHBALI, B. Grain Refinement in a Low Carbon Steel Through Muldirectional Forging. **Journal of Iron and Steel Research International**, v. 19, n. 10, p. 74-78, 2012.

SOUSA, R. C. D. Estudo Dos Efeitos Dos Parâmentros De Processamento Na Temperatura De Não Recristalização, Tnr, De Um Aço Médio Carbono Microligado Ao Vanádio. (Tese de Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais) - UFScar. São Carlos, p. 106. 1996.

SPINELLI, D. et al. **Metais - Uma visão Objetiva**. 1<sup>a</sup>. ed. São Carlos: SUPREMA GRÁFICA E EDITORA, v. 01, 2004.

STALHEIM, D. G. The Use of High Temperature Processing (HTP) Steel for High Strength Oil and Gas Transmission Pipeline Applications. **Iron and Steel**, v. 40, p. 699-704, 2005.

REVISTA INTERMARKET, 2007. Disponível em: <a href="http://www.revistaintermarket.com">http://www.revistaintermarket.com</a> .br/materia.php?id=930>. Acesso em 10 de nov. 2014.

TENARIS.ProdutoseServiços.Disponívelem:<http://www.tenaris.com/tenarisconfab/pt/prodser/default.aspx>.Acessado em: 15 defev. 2015.

WAINER, E.; BRANDI, S. D.; MELLO, F. D. H. D. Soldagem - Processos e Metalurgia. São Paulo: Edgard Blucher, v. 494, 1992.

WANG, C. H. Introduction to Fracture Mechanics. Defence Science and Technology Organisation. 82p. Melbourne, Austrália 1996.

WANG, L. et al. Annealing-induced Grain Refinement in a Nanostructured Ferritic Steel. **Journal Materials Science Technology**, v. 28, n. 1, p. 41-45, 2012.

WELDING TECHNOLOGY INSTITUTE OF AUSTRALIA (WTIA) - Introduction to Fatigue of Welded Steel-Weld Improvement Techniques-Technical Guidance Questionnaire, 8 p, 2006.

WESTERGAARD, H. Bearing pressures and cracks, **Journal of Applied Mechanics**, 1939.

XIAO, F. et al. Effect of Nb Solute and NbC Precipitates on Dynamic or Static Recrystallization in Nb Steels. **JOURNAL OF IRON AND STEEL RESEARCH INTERNATIONAL**, v. 19, n. 11, p. 52-56, 2012.

ZAHARIA, L. et al. A new severe plastic deformation method by repetitive extrusion. **Materials Science & Engineering A**, v. 595, p. 135-142, 2014.

ZHAO, M. C. et al. Continuous Cooling Transformation of undeformed and deformed low carbon pipeline steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 355, n. 1 - 2, p. 126-136, 2003.

## **APÊNDICE 1**

A norma ASTM A370 possui a Tabela 20, abaixo, para a conversão dos valores de energia absorvida no ensaio Charpy entre os corpos de prova "sub-size" e "full size".

**Tabela 20 -** Tabela de conversão dos valores de energia absorvida nos corpos de prova "sub-size" e "full size". Fonte: Adaptado da ASTM A370, 2014.

СР	Energia Absorvida (J)											
7,5x10	0	7	11	12	14	15	16	20	26	30	35	41
10x10	0	10	14	16	18	20	22	27	34	41	48	54

Contudo os valores obtidos neste trabalho para a energia absorvida nos CPs "sub-size" extrapolam o valor máximo da tabela, em consequência disso, optou-se por plotar em um gráfico os valores da Tabela 20 e realizar a extrapolação da energia absorvida nos corpos de prova "full size" através dos dados obtidos experimentalmente dos corpos de prova "sub-size" por meio da equação na qual os pontos melhor se ajustam.

A Figura 85, abaixo, ilustra o gráfico com os pontos da Tabela 20 plotados e a curva que melhor se ajusta a eles.



**Figura 85 -** Gráfico com os pontos para a conversão de energia absorvida nos corpos de prova "subsize" e "full size", ajustado por uma equação linear.

## **ANEXO 1**

ESPECIF				ICAÇÃO DO PROCEDIMENTO DE SOLDAGEM (E.P.S.)					N <sup>0</sup> : REVISÃO: 0 DATA: 12/11/2013 FOLHA: 1/2			
NORMA OU CODIGO DE REFERENCIA					NORMA DO CLIENTE:							
PROCESSO DE 1 SOLDAGEM 2		TIG (GTAW) ER (SMAW)		0			RQPS DE C	COBERTURA				
				TIPO		MANUAL		OBERTURA		REVISÃO 0		
				VA	RIÁVEIS C	OOS METAIS DE BASE		-				
PARÂMETROS					VA	LORES DA RQPS		FAIXAS QUALIFICADAS GRUPO TENSÃO DE ESCOAMENTO				
ATERIALS ATE		CIFICAÇÃO DO MATE O MINIMA DE ESCOAI	API 5L X 70 PSL 2 70.300		ç	С	С		70.300			
		ETRO (Ø) - Externo (mm) ESPESSURA (mm)		32" (812,8 mm) 0.562" (14,3 mm)		GRUF	2 2	2 2	TODOS OS DIÂMENTROS $4,8 \le \emptyset \le 19,0$			
2		TIPO DE CHANFRO		" V		DA PECA DE TESTE	N/A	N/A	"V"			
					VA	ALORES DA RQPS		FAIXAS QUALIFICADAS				
				R	AIZ			RAIZ	IZ ENCHIMENTO/ACABAM			
BO			FIXA		A 45°	TODAS DESCENDEN	F ASCENT		AS TODAS DENTE DESCENDENTF			
7	QUAN	TIDADE DE SOLDADO	RPOR	ASCEI (	01	01		01		01		
				С	οΝSUΜί	EIS DE SOLDAGEM						
	PARÂME	TROS	R	V/ AIZ	LORES DA	ROPS	DAI					
	ES	PECIFICAÇÃO	SFA A	\$5.18		SFA A 5.5	SFA	A 5.18	SFA A 5.5			
líve	C/	ALSIFICAÇÃO	ER 7	05-3		E - 9010 G		70S-3		E - 9010 G		
AUX SUL		CA COMERCIAL BMC		C-C3		ESAB	BIV	160	OBS 2			
NO		GRUPO	N	/A		2	1	I/A		2		
		Ø (mm)	3	,2	ADACTED	4	3	3,2		3,2 - 5,0		
				V	ARACTER	RQPS		FAIXA	AS QUALI	FICADAS		
	PARAME	TROS	R/	AIZ	ENCHIME	NTO/ACABAMENTO	RAIZ	(OBS 2)	ENCHIN	MENTO/ACABAMENTO (OBS		
TIF	PO DE CO	RRENTE	CONTINUA				CON			SFA A 5.5		
INTENSI	DADE DE (	CORRENTE (A)	125 - 140			80 - 110	DIRETA (CC-) 125 - 140		INVERSA (CC+) 80-115 / 100-165 / 120-225			
	TENSÃO	) (V)	12 - 14			25 - 28	12 - 14		25 - 30			
VELOCIDADE DE SOLDAGEM (mm/min)				80		140 - 165 GASES	80 140 - 165					
VALORES DA RQPS					ác	lina	XAS QUALIFICADAS					
CARACTERIS	CARACTERISTICAS TOCHA			PURGA		Сто	СНА		PURGA			
TIPO		ARGONIO 99,99	<u>N/A</u>		ARGÓ 9		<u>)NIO <sup>(4)</sup></u> 9.99		N/A			
VAZÁC	<b>)</b>	10 - 12	N/A N/A			10	) -12		N/A N/A			
FORNECEDO	R (OBS 4)	WHITE MARTINS		N/A		0	BS 4		N/A			
MARCA COMER	CA COMERCIAL 1005 WHITE MARTINS N/A OBS 4 N/A TECNICAS DE ACOPLAMENTO								N/A			
	ACOP	LAMENTO			VA	ALORES DA RQPS		FAIXAS QUALIFICADAS				
MECANISMO	) TIPO				ACO	PLADEIRA EXTERNA		ACO	PLADEIRA EXTERNA/INTERNA			
DE ACOPLA MENTO	REMOÇÃO			APÓS C	ONCLUSÃO	D DE 50% DOS PASSES	DE SOLDA APÓS CONCLUSÃO DE 50% DOS			D DE 50% DOS PASSES DE		
				1	TEMPO	ENTRE PASSES		JOLUA				
	Т	EMPOS		VALORES DA RQPS				FAIXAS QUALIFICADAS				
PASSES		ENTRE 1° e 2°			IME	DIATO 18h		IMEDIATO				
		DEWIAIS		C	ONTROLE	DE TEMPERATURA			3401			
PREA	QUECIMI		• •		VALORE			FAIXAS QUALIFICADAS				
A R A	PRE AQUECIMENTO (° C )				۔ ≤	250	≤ 250					
MPE	PÓS AQUECIMENTO			N/A				N/A				
⊨ <sup>µ</sup>	METODO CONTROLF			M	AÇARICO T	TIPO CHUVEIRO	MAÇARICO TIPO CHUVEIRO METRO DE CONTATO/ LASER / LAPÍS TÉRMICO					
				· · ·	TRATAN	MENTO TÉRMICO						
<b>5</b> 10	COI	QUANTIDADE		VALORE	S DA RQPS		FAIXAS QUALIFICADAS					
rern PAR S				N/A N/A				N/A N/A				
-0	DIFERENÇA DE TEMPERATURA (°C ) CONTROLES			VALORES DA RQPS				FAIXAS QUALIFICADAS				
۴	INICIO DE CONTROLE				1	N/A	N/A					
RATI	TAXA DE AQUECIMENTO			N/A				N/A				
APEF	TEMPO DE TRATAMENTO			N/A N/A				N/A N/A				
TEV	TA A	FINAL DE RESERIAMENT	N/A N/A			N/A N/A						
LIMPEZA INICIAL				LIMPEZA DOS DE				MAIS PASSES				
ESCOV	AMENTO	/ ESMERILHAMENTO			ESCOVAMENTO / ESMERILHAMENTO							

