5. METODOLOGIA E MÉTODOS DE ENSAIO

5.1. MATERIAIS

Foram estudadas juntas soldadas obtidas a partir de seções de tubo (anel) de aço API 5L X80 de 508 mm de diâmetro com uma espessura de 19 mm e 300 mm de comprimento. Os tubos foram conformados pelo processo UOE a partir de uma chapa de aço produzida por laminação controlada sem resfriamento acelerado (TMCP – Thermomechanical controlled process), pertencentes a uma mesma corrida.

As juntas foram produzidas utilizando 3 processos de soldagem, eletrodo revestido (ER), Arame Tubular (FCAW-G), eletrodo consumível com proteção gasosa -MAG (GMAW (STT)), para os quais foram desenvolvidas quatro (4) EPS diferentes.

- a) Eletrodo Revestido. EPS Nº 1. Junta X80-B/X80-B.
- b) Eletrodo Revestido. EPS Nº 2. Junta dissimilar X80-A/X56-C.
- c) Raiz: Eletrodo Revestido. Enchimento: Arame Tubular. EPS Nº 3. Junta X80-B/X80-B.
- d) Raiz: Eletrodo consumível com proteção gasosa ativa. Enchimento: Arame Tubular. EPS Nº 4. Junta X80-B/X80-B.

Os metais de base X80-A, X80-B e X56-C também foram avaliados de modo a se obter um padrão de comparação necessário em alguns ensaios.

As EPS 1 e EPS 2 foram realizadas com o processo de eletrodo revestido (ER), utilizando eletrodo celulósico E6010 para o passe de raiz e eletrodos de baixo hidrogênio E8018-G e E10018-G para o passe quente e passes de enchimento, respectivamente. Para a EPS 3, foi utilizado eletrodo revestido para o passe de raiz e passe a quente, utilizando os arames AWS E6010 e AWS E8010-

P1 respectivamente, e para os demais passes foi utilizado arame tubular com proteção gasosa, AWS E101T1-GM-H8. Na EPS 4 foram utilizados processos semi-automáticos, sendo o processo MAG de curto-circuito com corrente controlada (MAG-STT) para o passe de raiz e o processo de arame tubular com proteção gasosa (FCAW-G) para os demais passes. Na Tabela 4, são resumidos os processos de soldagem e consumíveis utilizados para cada EPS. As juntas obtidas pelas EPS 1, 2, 3 e 4 serão doravante denominadas juntas X80-1, X80-2, X80-3 e X80-4, para maior simplicidade.

			Consumív		Nº do		
Junta	Processos	Doiz	Quanta	Enchimento		In ue Iuntos	
		Kalz	Quente	/Acabamento		Juntas	
X80-1	ER	E 6010	E 8018-G	E 10018-G	X80– X80	03	
X80-2	ER	E 6010	E 8018-G	E 10018-G	X80– X56	02	
V80 2	ER	E 6010	E8010 D1	E 101T1-GM-	V80 V80	02	
A00-3	FCAW-G	E 0010	L0010-F1	H8	A00- A00	05	
X80 4	GMAW (STT) +	EP 808 G	E101 T1-	E 101T1-GM-	X80 X80	06	
A00-4	FCAW-G	EK 605-0	GM-H8	H8	A00- A00	00	

Tabela 4. Resumo dos processos de soldagem utilizados por EPS.

O estudo sobre a reprodutibilidade das soldagens foi desenvolvido dentro do projeto de Cooperação Tecnológica entre PUC-RIO e a PETROBRAS-CENPES para estudo de Aplicação do Aço X80, e a junta X80-3 foi objeto de estudo da tese de Richard Sanz Durand ^[70].

As Juntas X80-1 e X80-2 utilizam o mesmo procedimento de soldagem, observando-se que na junta X80-2 a soldagem foi realizada em uma junta dissimilar com os aços X80 e X56, de modo a simular uma soldagem de um tubo X80 com um acessório como, por exemplo, válvulas e flanges, ou a junção de segmentos de dutos novos com segmentos de dutos já existentes.

As figuras 30, 31 e 32 apresentam as condições de soldagem para as juntas X80-1 e X80-2, junta X80-3 e X80-4, respectivamente. Na junta X80-2, devido a menor espessura da chapa do aço X56-C em relação à do aço X80-A, foi necessário realizar um adoçamento.

Deserieite		Pa	sse				
Descrição	Raiz	Quente	Enchimento	Acabamento			
Consumível	E 6010	E 8018-G	E 10018-G	E 10018-G			
Amperagem (A)	100 - 180	170 - 220	180 - 220	180 - 220			
Diâm. Eletrodo (mm)	4	4	4	4			
Polaridade	CC.	CC⁺	CC⁺	CC⁺			
Progressão	Descendente	Descendente	Descendente	Descendente			
Aporte de Calor (kJ/mm)	0,8 - 1,1	0,8 - 1,1	1,0 - 1,2	0,8 - 1,0			
9 10 7 8 8 0 4 3	7	25.30		7			
EPS X80-2							

Figura 30. Parâmetros de Soldagem para as juntas X80-1 e X80-2, dimensões em milímetros.

Deserineão		Pa	isse						
Descripção	Raiz	Quente	Enchimento	Acabamento					
Consumivel	E6010	E 8010-G	E101T1	-GM-H8					
Diâmetro (mm)	4,0	4,0	1,1	14					
Polaridade	CC-	CC+	CC	;+					
Gás de proteção	-	-	Ar - CO ₂ (8	0% - 20%)					
Amperagem (A)	100 – 180	90-185	165 -	- 170					
Voltagem (V)	-	-	23	,5					
Vazão (I / min)	-	-	20 -	-21					
Stick out (mm)	-	-	15 ·	20					
Velocidade do arame (m/min)	-	-	6.9 - 7.6 (270 - 300 WPS						
Progressão	Descendente	Descendente	Ascen	dente					

Figura 31. Parâmetros de Soldagem para a junta X80-3, dimensões em milímetros.

Deseriaño		Pa	Passe						
Descrição	Raiz	Quente	Enchimento	Acabamento					
Consum ível	ER 80S-G		E 101T1-GM-H8						
Corrente de fundo (A)	55	-	-	-					
Corrente de pico (A)	415	-	-	-					
Voltagem (V)	-		22 - 24						
Diâm. Eletrodo (mm)	1,14		1,14						
Polaridade	CC*		CC [*]						
Gás de proteção	CO ₂ (100%)	A	r - CO2 (80% - 20%	%)					
Vazão (Vmin)	15		20 - 21						
Stick out (mm)	15 - 18		15 - 20						
Velocidade do arame (m/min)	4,1 (170 WPS)	6,9	- 7,6 (270 - 300 W	(PS)					
Progressão	Descendente		Ascendente						
Aporte de Calor (kJ/mm)	0,7 - 1,0	1,1 - 1,8	1,2 - 1,9	1,4 - 1,8					
		,	60°						

Figura 32. Parâmetros de Soldagem para a junta X80-4, dimensões em milímetros.

5.1.1.Amostragem – Codificação / Posição

A figura 33 apresenta de forma representativa a distribuição e localização dos corpos de prova ao longo da tubulação, todos os corpos de prova foram retirados das regiões onde a junta soldada não apresentou defeitos, com base nos resultados da radiografia avaliada segundo a norma API 1104 ^[82], as mesmas receberam códigos referentes às EPS's executadas e o tipo de ensaio a ser realizado. Adotou-se uma codificação alfanumérica que associa a extração do corpo-de-prova com o material e tipo de



Figura 33. Distribuição de corpos de prova para ensaios de corrosão e metalografia ao longo da Junta Soldada X80-1.

A Fig. 34 apresenta a codificação adotada para os ensaios NACE. Como exemplo, fazendo uso da Fig. 34, na codificação 1C32, o primeiro número (1) corresponderia à junta X80-1, o segundo (C), indica que se trata do ensaio corrosão, o terceiro (3) indica que se trata do terceiro quadrante e o quarto (2) indica que se trata da amostra número dois correspondente a estes ensaios.



Figura 34. Esquema da Codificação adotada para ensaios.

5.1.2. Composição Química

As análises químicas dos metais de base foram realizadas, utilizando a técnica de espectroscopia de emissão óptica, verificado que os elementos dos aços estudados neste trabalho encontram-se dentro das faixas especificadas pela norma API 5L^[14], os dados obtidos estão apresentados na tabela 5.

Tabela 5- Composição Química do Metal de Base X80 e X56 em %Wt.

Tubo	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Мо	Cu	V	Nb
X80-A	0,082	0,134	1,735	0,014	0,006	0,166	0,022	0,195	0,01	0,017	0,048
X80-B	0,072	0,152	1,84	0,017	0,007	0,171	0,025	0,2	0,013	0,02	0,061
X80 - API 5L	0,22		1,85	0,025	0,015					c, d	c, d
X56-C	0,099	0,207	1,49	0,02	0,007	0,031	0,018	0,009	0,008	0,002	0,045
X56 - API 5L	0,22		$1,40^{a}$	0,025	0,015					c, d	c, d

^a = Pela redução de 0.01% abaixo do conteúdo de carbono máximo especificado, um aumento de 0,05% acima do conteúdo de manganês máximo especificado é permitido, até um valor máximo de 1,65% para o X-56 e de 2,0% para o X-80.
 c= Nb, V, Ti ou suas misturas podem ser usadas a critério do fabricante.
 d= Nb+V+Ti deve ser menor a 0,15%

A tabela 6 mostra o carbono equivalente calculado em acordo com as equações 6 e 7.

Tabela 6. Cálculo do CE dos tubos dos metais base.

Tubo	P_{cm}	C_{eIIW}
X80-A	0,197	0,449
X80-B	0,197	0,459
X56-C	0,183	0,357

Os valores obtidos do carbono equivalente P_{cm} para os diferentes tubos estão de acordo com as especificações da norma API 5L ^[14] que estipula o valor máximo do P_{cm} em 25%. Os valores obtidos para o $CE_{(IIW)}$ no aço X80 estiveram acima do valor máximo de 0,43% especificado na norma.

A composição química dos arames utilizados nas EPS 1-2, 3 e 4 é fornecida pelo fabricante e encontram-se nas tabelas 7, 8 e 9, respectivamente.

Tabela 7. Composição química dos arames usados na EPS 1-2 segundo o fabricante

Concumíval	Elementos (% em peso)										
Consumiver	С	Mn	Si	Мо	Ni	Cr	Cu	V	Р	S	
E 6010	0,084	0,38	0,19	0,005	0,02	0,022	-	0,016	0,012	0,008	
E 8018-G	0,065	1,28	-	< 0,1	<0,1	< 0,1	<0,1	0,02	0,007	0,007	
E 10018-G	0,06	1,89	-	< 0,1	1,65	< 0,1	0,01	0,02	0,002	0,008	

Consumíval	Elementos (% em peso)										
Consumver	С	Mn	Si	Мо	Ni	Cr	Cu	V	Р	S	
E6010	0,17	0,74	0,35	0,02	0,05	0,03	-	-	0,009	0,009	
E8010-G	0,14	0,77	0,29	0,25	0,77	0,03	0,02	0,01	0,01	0,01	
E101T1- GMH8	0,04	1,75	0,4	0,26	1,01	0,11	-	0,02	0,02	0,01	

Tabela 8. Composição química dos arames usados na EPS-3, segundo o fabricante

Tabela 9. Composição química dos arames usados na EPS-4, segundo o fabricante

Consumível	Elementos (% em peso)									
	С	Mn	Si	Мо	Ni	Cr	Cu	V	Р	S
ER 80S-G	0,10	1,51	0,50	0,46	0,02	0,02	0,20	-	0,011	0,006
E101T1-GMH8	0,04	1,75	0,40	0,26	1,01	0,11	-	0,02	0,02	0,01

A Análise química do metal de solda, foi determinada considerando as regiões referentes aos passes de raiz, enchimento e acabamento. O valor médio obtido de quatro amostras para cada junta, esta mostrado na tabela 10.

				Ju	inta X8)-1					
Região	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Mo	Ti	V	Nb
Raiz	0.102	0.165	0.95	0.018	0.011	0.094	0.03	0.089	0.011	0.008	0.013
Enchimento	0.083	0.418	1.73	0.012	0.012	0.047	1.50	0.028	0.012	0.011	< 0.003
Acabamento	0.088	0.439	1.72	0.013	0.013	0.046	1.54	0.026	0.014	0.012	< 0.003
Junta X80-2											
Região	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Мо	Ti	V	Nb
Raiz	0.105	0.379	1.20	0.016	0.014	0.045	0.22	0.027	0.013	0.009	< 0.003
Enchimento	0.083	0.434	1.78	0.014	0.012	0.047	1.50	0.023	0.012	0.012	< 0.003
Acabamento	0.086	0.449	1.76	0.014	0.013	0.042	1.57	0.017	0.013	0.011	< 0.003
				Ju	nta X80	-3					
Região	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Mo	Cu	V	Nb
Raiz	0.123	0.171	1.18	0.012	0.008	0.092	0.16	0.177	0.011	0.009	0.017
Enchimento	0.068	0.307	1.59	0.011	0.010	0.051	0.55	0.247	0.023	0.017	0.009
Acabamento	0.071	0.325	1.62	0.011	0.011	0.042	0.61	0.246	0.025	0.017	0.007
				Ju	inta X8)-4					
Região	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Mo	Cu	V	Nb
Raiz	0.100	0.394	1.54	0.011	0.013	0.055	0.12	0.377	0.146	0.006	0.005
Enchimento	0.067	0.355	1.71	0.012	0.011	0.052	0.62	0.275	0.036	0.019	0.012
Acabamento	0.067	0.361	1.71	0.012	0.012	0.048	0.69	0.268	0.036	0.019	0.011

Tabela 10. Composição Química média das juntas soldadas

5.1.3. Propriedades Mecânicas

5.1.3.1. Ensaios de Tração Metal Base

Para os ensaios de tração, foram usinados corpos de prova, na direção longitudinal e transversal em relação ao sentido de laminação da chapa, de acordo com a norma API 5L^[14] e ASTM A370^[85], cujas dimensões estão mostradas nas figuras 35 e 36.



Figura 35. Dimensões dos corpos de prova longitudinais para ensaios de tração ^[14].



Figura 36. Dimensões dos corpos de prova transversais para ensaios de tração ^[14].

O material para estes ensaios foi obtido a partir de tiras de uma seção da tubulação que possuía as seguintes dimensões: -Tubulação X80 508 mm (20") de diâmetro, 19 mm (0,75") de espessura; -Tubulação X56: 508 mm (20") de diâmetro e 16 mm (0,63") de espessura, conforme mostrado na tabela 11. Os ensaios foram realizados em máquina universal de ensaios LOS, escala 12 tf (figura 37).



Figura 37. Máquina universal de ensaios e corpos de prova longitudinais para ensaios de tração.

Material Codificado	Cód. CP Transv.	Cód. CP Long.	Observações	Desenho Sentido de Laminação
X80-3	T3B1 T3B2 T3B3	T3B4 T3B5 T3B6	Material Base X80-A, Tubulação 054-31137.	
X80-4	T4B1 T4B2 T4B3	T4B4 T4B5 T4B6	Material Base X80-B, Tubulação 054-31162.	T4B4
X80-2	T2B1 T2B2 T2B3	NA^{*}	Material Base X56-C, Tubulação 34002.	
X80-2	NA [*]	T2B4 T2B5 T2B6	Material Base X56-C, Tubulação 34002.	T2B4

Tabela 11- Identificação dos Corpos de Prova para ensaios de Tração

NA[®] Não aplica

5.1.3.2.Ensaios de Tração das Juntas Soldadas.

CPs usinados de acordo com a norma API 1104^[82], Figura 38, foram submetidos a uma carga de tração axial ao longo do comprimento do corpo de prova. A resistência à tração foi calculada dividindo a carga máxima pela menor seção transversal do corpo de prova medido antes do ensaio.

Critério de aceitabilidade – Segundo a norma API 1104 ^[82] o resultado do ensaio de tração será considerado aceitável se:

- a) O limite de resistência à tração registrado da junta soldada fosse maior ou igual ao limite de resistência mínimo especificado para o material do tubo.
- b) O corpo-de-prova fratura fora da solda e da zona de fusão e atinge o valor mínimo de resistência à tração requerida pela especificação.
- c) O corpo-de-prova fratura na solda ou zona de fusão e o limite de resistência registrado é maior ou igual ao valor mínimo de resistência à tração especificado para o material de base, devendo também satisfazer as exigências do ensaio nick-break.

Se a amostra fraturar abaixo do limite de resistência especificado pelo material da tubulação, a solda estará reprovada.

O equipamento utilizado para os ensaios foi uma máquina de tração universal, marca Wolpert com capacidade nominal de 399 MN (40Tf), com célula de carga e indicador de carga Kratos modelo IKCL2-USB, Figura 39.



Figura 38. Dimensões do corpo-de-prova para ensaio de tração segundo a norma API 1104^[82].



Figura 39. Máquina do ensaio de Tração e posicionamento do corpo-de-prova

5.1.3.3.Perfil de Microdureza e ensaios de Dobramento Lateral.

O método de medição de microdureza na qualificação do procedimento de soldagem foi "vickers", para avaliar as possíveis mudanças microestruturais ao longo da junta. As impressões foram feitas em tres eixos paralelos à superfície da chapa, que cortam o cordão de solda. O primeiro eixo próximo à região dos passes de acabamento (eixo superior), outro eixo no centro da junta entre os passes de enchimento, e o ultimo, próximo ao passe quente (eixo inferior). O equipamento utilizado para realizar as medidas de durezas foi um microdurômetro calibrado marca SHIMADZU Modelo HMV- T empregando uma carga de 0,1 Kg e tempo de 10 segundos, nas regiões do metal base, zona termicamente afetada e metal de solda, conforme a figura 40 (a), que ilustra o perfil de dureza para um chanfro V.

No ensaio de dobramento lateral, o esforço é aplicado sobre flexão em uma prensa que dobra o corpo-de-prova, até atingir uma configuração em U, com a região de solda no centro do dobramento. Os critérios de aceitação destes testes, segundo a norma API 1104 ^[82] são:

- Não deve existir nenhuma trinca ou outra imperfeição lateral excedendo 1/8" (3 mm) em qualquer direção.
- Trincas originadas na superfície externa de dobramento, originadas durante o teste devem ser desconsideradas a não ser que tenham mais de 1/4" (6 mm).



Figura 40.(a) Perfil de dureza segundo a Norma NACE MR0175^[43] em uma junta em V com ângulo de 60°. (b) Características dimensionais do Corpo de prova para ensaios de dobramento segundo a Norma API 1104^[82].

A figura 40(b) mostra as dimensões dos corpos-de-prova de dobramento lateral.

108

5.1.4. Análise Metalográfica

5.1.4.1. Metal base

As amostras para análise microestrutural foram preparadas pelo método convencional de lixamento (granulometria de 220 a 1200) e polimento semiautomático com pasta de diamante de 6 µm e 3 µm. Na análise microestrutural foi utilizada para a microscopia ótica (MO) o ataque com a solução de 2% de Nital por 5 a 10 segundos. Para a microscopia eletrônica por varredura (MEV) foi utilizado um ataque eletrolítico duplo, para determinar a presença do constituinte A-M, da seguinte forma: -Primeiro ataque: 5g de EDTA, 0,5 g de NaF e 100 ml de água destilada a 5V por 15 segundos; -Segundo ataque: 5g de ácido pícrico, 25 g de NaOH e 100 ml de água destilada a 5V por 100 segundos).



Figura 41. Aço API X80 matriz ferrítica com microconstituinte AM – Aço API X56 matriz ferrítica com perlita.

Pode-se observar na figura 41 a microestrutura característica para os aços API grau X-80 e X-56. Os aços X-80 apresentam matriz ferrítica com microconstituinte austenita-martensita, o tamanho de grão ferrítico é da ordem de 10µm, enquanto o aço X56 apresenta uma microestrutura composta por matriz ferrítica com perlita. O tamanho de grão ferrítico apresenta um valor médio de 15µm.



5.1.4.2. Juntas soldadas

Figura 42. Caracterização microestrutural das juntas soldadas dos EPS X80-1 e X80-2.

As figuras 42 e 43 mostram as microestruturas representativas de regiões dos quatro processos de soldagem descritos anteriormente, obtidas da caracterização metalográfica feita através de microscopia ótica e MEV, com o mesmo ataque para os metais base, conforme descrito acima.



Figura 43. Caracterização microestrutural das juntas soldadas dos EPS X80-3 e X80-4.

Muito embora, algumas juntas não tenham sido aprovadas em acordo com a API 1104, em função da presença de descontinuidades, como inclusão de escória e falta de fusão. As amostras utilizadas para as análises de CST foram retiradas das regiões sem defeitos. Para isso foi feito um mapeamento das juntas conforme no exemplo da figura 33.

De um modo geral para as juntas não foi observada nenhuma diferença significativa entre as microestruturas pertencentes aos diferentes quadrantes, indicando que o procedimento de soldagem foi executado corretamente. A microestrutura do metal de solda para os passes de acabamento e enchimento é basicamente ferrita acicular e ferrita de contorno de grão. No passe de enchimento o tamanho de grão ferrítico do passe quente é da ordem de 10µm. A morfologia do constituinte AM variou, apresentando-se massiva e parcialmente decomposta no passe de enchimento, e alongada no passe de acabamento.

A ZTA, independente da região, geralmente apresenta estrutura bainítica inferior e com AM descomposto (Figuras 44 e 45). A RGG apresenta tamanho de grão similar da ordem de 10µm, apresentando em alguns casos precipitação no contorno de grão.

Solda	Região	Acabamento	Enchimento	Passe quente
i ótica. Junta X80-1	ZTA- RGG			
Microscopia EPS	ZTA- RGF			
de Varredura. S X80-1	ZTA- RGG	lign -	lign -	10p0 -
Microscopia o Junta EP	ZTA- RGF			
ótica. Junta (80-2	ZTA- RGG			
Microscopia EPS >	ZTA- RGF			
de Varredura. S X80-2	ZTA- RGG	10m	10em	
Microscopia c Junta EP	ZTA- RGF			

Figura 44. Caracterização microestrutural da zona termicamente afetada das juntas soldadas dos EPS X80-1 e X80-2.

As regiões da ZTA foram caracterizadas na altura correspondente ao passe de acabamento, enchimento e passe quente.

Solda	Região	Acabamento	Enchimento	Passe quente
ótica. Junta X80-3	ZTA- RGG			
Microscopia EPS)	ZTA- RGF			
de Varredura. S X80-3	ZTA- RGG	- stark		
Microscopia c Junta EP	ZTA- RGF			
ótica. Junta (80-4	ZTA- RGG			
Microscopia EPS)	ZTA- RGF			
de Varredura. S X80-4	ZTA- RGG	Tour -	low low	10um
Microscopia (Junta EF	ZTA- RGF			

Figura 45. Caracterização microestrutural da zona termicamente afetada das juntas soldadas dos EPS X80-3 e X80-4.

5.2. CARACTERIZAÇÃO DE MEIOS CORROSIVOS

5.2.1. Caracterização colorimétrica e potenciométrica dos meios com Tiossulfato para ensaios BTD e Soluções para ensaios NACE.

Os corpos de prova para caracterização de meios corrosivos com Tiossulfato (figura 46), possuíam a mesma geometria e dimensões dos corpos de prova desenhados para os ensaios BTD (descritos mais adiante), foram suspensos num funil de separação, com capacidade volumétrica 500 ml (figura 47).



Figura 46. Corpo de prova para determinação da concentração de H_2S no sistema, antes do início do ensaio.



Figura 47. Montagens dos ensaios em meio corrosivo de Tiossulfato, para determinar o teor de H₂S produzido pela reação do meio com o material.

Foram preparados diferentes meios corrosivos baseados em uma solução de tiossulfato de sódio, ajustando o pH para valores entre 3,4 e 4,4, por meio de adições (em pequena percentagem) de ácido acético ou hidróxido de sódio, para

quantificar o H_2S produzido pela reação do meio ao entrar em contato com o metal, e desta forma avaliar a influência do pH e do teor de H_2S na corrosividade do meio aquoso. Este meio aquoso é caracterizado pela presença de tiossulfato de sódio, a qual gera indiretamente H_2S . A composição química dos meios está mostrada na tabela 12.

Componentes	Tiossulfato de Sódio (Na2S2O3)Cloreto de Sódio (NaCl)		Ácido Acético (CH3COOH)	рН
Solução 1	10 ⁻³ mol/l	5%	0,50%	3.4
Solução 2	10^{-3} mol/l	5%	0,50%	4.4
Solução 3	10 ⁻⁴ mol/1	5%	0,50%	3.4
Solução 4	10^{-4} mol/l	5%	0,50%	4.4

Tabela 12 Composição química dos meios com Tiossulfato de Sódio.

As soluções foram preparadas com reagentes analíticos e borbulhadas com nitrogênio por 20 minutos antes de submergir os corpos de prova, para assegurar ausência de oxigênio. Amostras de solução foram coletadas a cada 0, 5, 10, 20 e 30 horas e preservadas na geladeira para sua posterior análise.

Tabela 13. Amostras recolhidas das soluções dos Ensaios NACE para determinação de H_2S .

Amostra	pН	Razão de Vazão de H ₂ S	Tempo de ensaio (H)
100 ml NACE 1	3.4	Rápida	2,20
100 ml NACE 1	3.4	Rápida	6
100 ml NACE 1	3.4	Rápida	10
100 ml NACE 1	3.4	Rápida	14
100 ml NACE 1	3.4	Rápida	18
100 ml NACE 1	3.4	Rápida	24
100 ml NACE 1	3.4	Rápida	720
150 ml NACE 2	4.4	Lenta	2,20
150 ml NACE 2	4.4	Lenta	6
150 ml NACE 2	4.4	Lenta	10
150 ml NACE 2	4.4	Lenta	14
150 ml NACE 2	4.4	Lenta	18
150 ml NACE 2	4.4	Lenta	24
150 ml NACE 2	4.4	Lenta	720

Amostras de solução NACE especificadas na tabela 13 foram recolhidas dos diferentes ensaios NACE realizados no Laboratório de Corrosão da USIMINAS em Ipatinga, tratadas e conservadas segundo especificações das normas N-2458 ^[87] e N-1802 ^[88] da PETROBRAS, para seu translado e posterior análise nos

Laboratórios de Biocorrosão na PUC-Rio e Laboratório de Corrosão na UFRJ, (Figura 48).



Figura 48. Amostras das soluções NACE tratadas e armazenadas para determinação de H₂S.

Foram realizados ensaios simultâneos para determinar as concentrações de H_2S pelo método colorimétrico de azul de metileno e pelo método potenciométrico (de acordo com os requisitos exigidos pelas normas N-2458 ^[87] e N-1802 ^[88] da PETROBRAS), em cada um dos ambientes especificados na tabelas 12 e 13.

As amostras de solução retiradas dos ensaios para determinação pelo método colorimétrico de azul de metileno foram tratadas com reagentes químicos analíticos (figura 49) e analisadas por cromatografia.

As amostras retiradas dos diferentes ensaios para determinação de H₂S pelo método de titulação potenciométrica, seguiram o procedimento descrito na Norma Petrobras N-2458 ^[87]. Esta norma prescreve o método de ensaio para a determinação potenciométrica de sulfeto e enxofre mercaptídico em águas. A amostra é alcalinizada para sua preservação, evitando-se a hidrólise e perda de sulfetos e mercaptanas, e titulada potenciométricamente com solução de nitrato de prata, utilizando eletrodos de Ag/Ag₂S e referência de vidro. Este método se aplica a águas naturais e industriais com H₂S e enxofre mercaptídico a partir de 1mg/ L, expresso como enxofre. Para valores abaixo desse limite, esta técnica não é eficiente.







Figura 49. Montagem do procedimento de determinação de H₂S pelo método colorimétrico de azul de metileno.

A presença de enxofre livre pode interferir na resposta, assim como qualquer íon ou radical como halogenetos ou cianetos, quando presentes em grande quantidade. Para a remoção desses interferentes e outros, exceto ferrocianetos, existe outra norma que sugere um tratamento conversor de mercaptanas a sulfeto, impossibilitando a distinção entre os dois (N-1802)^[88].

O procedimento para o tratamento das amostras foi o seguinte: Foi colhida uma amostra de 50 ml da solução a ser analisada, na qual foi adicionada NaOH 2N e NH₄OH (para evitar a co-precipitação do óxido de prata). Os eletrodos de trabalho e de referência (calomelano com uma ponte salina, evitando assim a contaminação do eletrodo), estes foram imersos na solução resultante a qual foi titulada potenciométricamente com solução de AgNO₃. Esta solução de AgNO₃ possuía normalidade de 0,1 ou 0,01 N; usada de acordo com teor esperado de sulfeto. O cálculo da concentração de H₂S, de acordo com a norma é dado pela seguinte expressão ^[88]:

H₂S, mg/L de Sol =
$$\frac{V_1 x N x F x 16000}{V} xd$$
 (8)

Onde:

V1 = volume da solução de AgNO₃ consumido para alcançar o ponto de viragem do íon sulfeto, em mL;

N = normalidade da solução de AgNO₃;

 $F = fator da solução de AgNO_3(=1);$

V = volume da amostra utilizado, em mL;

d = fator de diluição da amostra (não necessário para o presente caso).
 Assim, a fórmula final será:

H₂S, mg/L de Sol =
$$\frac{V_1 x N x 16000}{V}$$
 (9)

Como resultado da titulação, curvas típicas são geradas, e se assemelham às evidenciadas pela Figura 50.



VOLUME DE SOLUÇÃO DE AgNO3 EM mL

A- CURVA CONTENDO GÁS SULFÍDRICO

B- CURVA CONTENDO ENXOFRE MERCAPTÍDICO

C- CURVA CONTENDO GÁS SULFÍDRICO E ENXOFRE MERCAPTÍDICO

D- CURVA CONTENDO GÁS SULFÍDRICO, POLISSULFETO E ENXOFRE MERCAPTÍDICO

E- CURVA CONTENDO POLISSULFETO E ENXOFRE MERCAPTÍDICO

Figura 50. Curvas de Titulação potenciométrica segundo a Norma da Petrobras [88].

5.3. ENSAIOS ELETROQUÍMICOS.

5.3.1. Curvas de Polarização [17, 18, 19, 82].

Todo metal imerso em uma solução contendo íons deste mesmo metal, na ausência de reações que interfiram, cria um potencial E, dado pela equação de Nernst^[31,32].

$$E = E^0 - \frac{RT}{nF} \ln \frac{a_{Est.\,\text{Re}\,d.}}{a_{Est.\,Oxi.}} \qquad (10)$$

Onde E é o potencial observado, E^0 é o potencial padrão, R a constante dos gases perfeitos, T temperatura em graus Kelvin, n número de elétrons envolvidos (modificação no número de oxidação das espécies químicas) ou número de elétrons recebidos pelo agente oxidante ou cedidos pelo agente redutor, F a constante de Faraday, $a_{Est.Red}$ é a atividade do estado reduzido da espécie, e $a_{Est.Oxi}$, é a atividade no estado oxidado da espécie.

Se uma corrente circular por esse eletrodo, o potencial varia, e o novo potencial E' depende da corrente aplicada. A diferença entre os dois potenciais é conhecida como sobrepotencial.

$$\eta = E' - E \quad (11)$$

Pode ocorrer do potencial inicial ser diferente do potencial de equilíbrio termodinâmico, devido a fenômenos e reações que interferem no processo. É o caso mais comum em corrosão, sendo esse valor conhecido como potencial de corrosão ou potencial misto. O potencial de corrosão também varia ao circular uma corrente pelo eletrodo, sendo esta variação conhecida como polarização ^[32].

Quando dois metais diferentes são ligados e imersos em um eletrólito, estabelece-se uma diferença de potencial entre os eletrodos resultantes. Fechandose o circuito externo, observa-se uma diminuição dessa diferença de potencial com o tempo. O potencial do anodo se aproxima ao do catodo, e o do catodo se aproxima ao do anodo. Tem-se o que se chama polarização dos eletrodos, ou seja, polarização anódica no anodo e polarização catódica no catodo ^[32].

As causas da polarização são as mais diversas. Além de contatos galvânicos, na prática a polarização pode ocorrer por: - presença de meio oxidante; - diferença de concentração iônica; - diferença da temperatura; -diferença de aeração; - por uma fonte externa. A polarização de um metal pode ser de três tipos: a) polarização por concentração; b) polarização por ativação e c) polarização ôhmica [31, 32, 33, 89].

Entre os numerosos métodos de estudo da corrosão eletroquímica, a polarização é fundamental. O método consiste em realizar uma eletrólise, em que se utilizam como eletrodo e eletrólito, respectivamente, o metal e o meio cuja interação se deseja estudar. O ensaio pode ser conduzido em potenciais de eletrodo controlados (medindo-se os valores de corrente em função do potencial aplicado), ou então à corrente de eletrólise controlada (anotando-se os valores de potencial em função da corrente). Representando-se graficamente a relação E=f(I) ou I=f(E), obtém-se uma curva de polarização (figura 51).



Figura 51. (a) Potencial anódico e catódico. (b) Curvas de Polarização anódica e catódica.

Oliveira e Miranda ^[90], utilizaram testes de polarização potenciodinâmica em aços de alta resistência, para a obtenção do potencial de geração do hidrogênio a serem utilizados em testes de permeação subseqüentes. Estes testes foram a 298K (25° C) e 308K (35° C), com variação de ±0,1K. O eletrólito foi o NaOH 0,1N, com borbulhamento de nitrogênio de 12 horas antes do início dos testes eletroquímicos e até o final dos mesmos.

Parkins^[41] utilizou curvas de polarização anódica para tubulações de aço ferrítico (API), submersas em soluções concentradas com pH alto, essas curvas apresentam uma transição ativo-passiva (figura 52), a qual foi relacionada com CST intergranular. Para soluções de baixo pH, a curva de polarização não apresenta a transição ativo-passiva (figura 53)^[41].



Figura 52. Curvas de polarização de um aço para duto (API) em meio corrosivo com pH alto ^[41].



Figura 53. Curvas de polarização de um aço de duto (API) em meio corrosivo com pH baixo ^[41].

5.3.2. Condições de ensaio das curvas de polarização.

Numa segunda etapa de caracterização dos meios corrosivos com tiossulfato, corpos de prova para ensaios eletroquímicos foram retirados do metal de base e das juntas soldadas, como se mostra na figura 54 (a). Para obter o contato elétrico dos CPs cortados com áreas de exposição entre 2 e 4 cm², foi necessário realizar brasagem de um fio de cobre ao aço, utilizando como metal de brasagem um fio de Pb-Sn.

Após brasagem, a amostra foi embutida em resina epóxi, de modo a expor somente a superfície metálica à solução de ensaio. A superfície foi preparada através de lixamento com lixa de carbeto de silício com granulometria de 220 a 600 e polimento mecânico, com o objetivo de eliminar qualquer resíduo de óxido ou resina. Para evitar a formação de frestas entre o metal e o epóxi, houve o cuidado de proteger os laterais dos Cps com aplicação de uma fina camada de resina acrílica, como mostrado na figura 54 (b).





Figura 54. (a) Esquema do corte dos Cps para ensaios eletroquímicos. (b) Cp preparado para ensaio eletroquímico.

Imergiu-se estes corpos de prova nos ambientes de ensaios especificados na tabela 11, em uma célula eletroquímica com uma configuração de três eletrodos, utilizando aço como o eletrodo de trabalho, de calomelano como referência e um fio de platina como contra-eletrodo. Os corpos de prova foram mantidos imersos na solução durante um período de tempo de 20 minutos, mantendo o sistema em circuito aberto para obter deste modo a estabilização do potencial de corrosão. Após este período de tempo, aplicou-se um potencial de -1 V abaixo do potencial

em circuito aberto varrendo-se até um de + 0,5 V acima do potencial em circuito aberto, ou potencial de corrosão. Assim foram obtidas em uma única varredura de potencial as curvas de polarização catódicas e anódicas, respectivamente. A velocidade de varredura empregada foi de 20 mV/min. Na figura 55 pode-se observar o arranjo experimental utilizado.



Figura 55. Arranjo experimental para ensaios eletroquímicos.

5.4. MÉTODOS PARA AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA À CST E FRAGILIZAÇÃO

5.4.1.Ensaio NACE TM 0177/96^[9] – Método A (Standart Tensile Test).

A norma NACE TM 0177/96^[9], avalia a resistência a fratura causada pela ação conjunta de tensões da tração e corrosão, em ambientes aquosos contendo H₂S, á temperatura ambiente. Avaliando por exemplo, os aços ARBL quanto a susceptibilidade à corrosão sob tensão. O método A, da norma NACE TM 0177/96 (Ensaio de Tensão), é realizado para avaliação da resistência a formas especificas de trincamento em ambientes contendo H₂S, submetendo-os a um estado de carregamento uniaxial. A susceptibilidade à CST é determinada pelo tempo de falha, que sendo inferior a 720 horas o material é considerado susceptível a CST ^[1, 41, 54, 91, 92, 93, 94, 95]. O método A, estabelece o procedimento para ensaios de tração a temperatura ambiente e pressão atmosférica. Os ensaios de tensão devem ser desenvolvidos com mecanismos ou equipamentos de carga constante.

5.4.1.1. Condições de Ensaios NACE

Os ensaios NACE foram realizados no laboratório do Centro de Pesquisas da Usiminas em Minas Gerais, de acordo com os procedimentos indicados na norma NACE TM0177/96^[9] - Método A, tendo como objetivo verificar a susceptibilidade dos aços e juntas estudadas, à corrosão sob tensão em solução corrosiva. Os corpos de prova para estes ensaios apresentaram as dimensões conforme a figura 56.



Figura 56. Dimensões (mm.) dos corpos de prova utilizados no ensaio NACE^[9]

As soluções de ensaio para esta prova foram de acordo com:

- Solução B da norma NACE TM0177/96: A composição desta solução está descrita na tabela 14. Foram realizadas diluições em água destilada, ajustando o pH para valores entre 3,4 e 4,4, por meio de adições (em pequena porcentagem) de ácido acético ou hidróxido de sódio. As soluções foram desaeradas com nitrogênio durante um tempo mínimo de 1 hora, e colocada na célula com uma mangueira ligada ao frasco desaerador, mantendo o fluxo de nitrogênio por um tempo mínimo de 20 minutos. Deste modo foi garantido que a solução de teste não contivesse oxigênio livre antes da introdução de H₂S, evitando desta forma um aumento drástico da taxa de corrosão, como também, evitando que haja conversão de parte do H₂S em produtos solúveis (polissulfetos).

Após este processo de desaereação as soluções eram saturadas com H_2S gasoso a uma velocidade aproximada de 100 ml/min. durante 10 minutos. Em seguida o fluxo era reduzido e mantido pela duração do ensaio a uma razão de vazão *rápida* (3 bolhas cada 10 segundos).

Composição da Solução								
Componentes	Cloreto de	Acetato de Sódio	tato de Sódio Ácido Acético		тI			
Componentes	Sódio (NaCl)	(CH ₃ COONa)	(CH ₃ COOH)	Vazão de H ₂ S	H_2S PH			
Solução I	5%	0,4%	0,23%	Rápida	3.4			
Solução II	5%	0,4%	0,23%	Lenta	3.4			
Solução III	5%	0,4%	0,23%	Rápida	4.4			
Solução IV	5%	0,4%	0,23%	Lenta	4.4			

Tabela 14. Composição química da solução utilizada no ensaio NACE^[9].

- As outras soluções de ensaio, tiveram uma composição similar a da NACE, e o pH foi ajustado para valores entre 3,4 e 4,6. As condições de saturação com H₂S foram manipuladas eliminando a saturação por 10 minutos com velocidade de 100 ml/min. e diminuindo para uma razão de vazão *lenta* (1 bolha a cada 10 segundos), para tentar obter soluções de ensaio insaturadas de H₂S, mas isso não foi possível, uma vez que a solução atinge o limite de saturação após de 4 horas de ensaio. Os ensaios foram realizados usando anéis de prova como os apresentados na figura 57, submetendo dois corpos de prova por cada condição de ensaio.



Figura 57. Anéis de tração utilizados nos ensaios NACE [9]

MATERIAL	рН	Razão de vazão de H2S	% LE aplicado	Código Cp
	3,4	Rápida	90%	1CB1 1CB2
Metal Base X80-B	3.4	Lenta	90%	1BE6 1BE8
	4,4	Lenta	90%	1CB3 1CB4
Metal Base	3,4	Rápida	90%	2CB5 2CB6
X56-C	4,4	Lenta	90%	2CB7 2CB8
	3,4	Rápida	85%	1C11 1C12
Junto V80 1	4,4	Rápida	100%	1C22 1C43
Juna A00-1	3,4	Lenta	85%	1C27 1C36
	4.4	Lenta	90%	1CE4 1CE5
	3,4	Rápida	85%	2C11 2C12
	4,4	Rápida	100%	2C13 2C21
	3,4	Lenta	85%	2C31 2C32
Junta X80-2	4,4	Lenta	100%	2C33 2C41
	3,4	Rápida	100%	2C42 2C43
	4,4	Rápida	85%	2C16 2C17
	3,4	Rápida	90%	2C41,1 2CE7
	3,4	Rápida	90%	3C11 3C12
	4,4	Rápida	100%	3C13 3C21
	3,4	Lenta	85%	3C31 3C23
Junta X80-3	3,4	Rápida	100%	3C33 3C41
	4,4	Rápida	85%	3C42 3C43
	3,4	Rápida	85%	3C16 3C26
	4,4	Rápida	90%	3C28 3C38 3C32
	3,4	Rápida	90%	4C11 4C12
	4,4	Rápida	100%	4C21 4C22
Lunto VOO 4	3,4	Lenta	85%	4C31 4C32
Junta X80-4	3,4	Rápida	100%	4C42 4C43
	4,4	Rápida	85%	4C26 4C39
	3,4	Rápida	85%	4C30 4C33

Tabela 15. Matriz Experimental para Ensaios NACE TM0177/96

Os anéis de ensaio foram montados e a carga aplicada, sendo esta definida pelo limite de escoamento e o diâmetro do corpo de prova. Nestes ensaios as tensões aplicadas foram de 85%, 90% e 100% do limite de escoamento (YSM) do metal base X80 e X56, segundo a tabela 14, os resultados obtidos nos ensaios de tração para as juntas soldadas não foram usados nestes ensaios por serem superiores a os obtidos para o metal base. O ensaio foi realizado a temperatura ambiente (± 25 ⁰C), durante um tempo máximo de 720 horas ou até a ocorrência de fratura do material. Ao término do ensaio a solução foi neutralizada com hidróxido de sódio (NaOH) ajustando o pH na faixa de 6,0 a 8,0. Na tabela 15 é apresentada a matriz das condições dos ensaios NACE.

5.4.2. Ensaio de tração com baixa taxa de deformação (BTD) . ASTM. G129-00^[10].

A técnica BTD desenvolvida por Parkins ^[92] é utilizada para determinar a susceptibilidade à corrosão sob tensão de metais, impondo um teste de tração a uma taxa de deformação constante até a ruptura.

A avaliação da susceptibilidade do material à corrosão sob tensão é realizada através da comparação da ductilidade do material ensaiado ao ar e em meio agressivo. Quando a razão entre ductilidade em meio agressivo e a ductilidade ao ar é igual a 1,0 indica que não há susceptibilidade à corrosão sob tensão, e razões menores que 1,0 indicam susceptibilidade [^{8, 10, 57]}.

A taxa de deformação tem uma função decisiva na realização dos ensaios BTD, pois se esta for muito alta, a influência do meio será nula, sendo a ruptura do corpo de prova, devido apenas a fatores mecânicos. No entanto, uma taxa demasiado baixa sujeitará o material apenas à ação do meio, ocorrendo passivação ou dissolução anódica do metal. A grande vantagem dos ensaios BTD é permitir que o efeito sinérgico entre o meio agressivo e as tensões mecânicas se manifeste sobre o material ensaiado, através de uma taxa de deformação adequada. Por este motivo, ampliou-se o campo de abrangência deste ensaio, passando-se a utilizá-lo para avaliação da susceptibilidade de materiais metálicos à fragilização pelo hidrogênio ^[8, 57, 64, 93, 95, 96, 97, 98, 99, 100].

A avaliação da susceptibilidade do material pode também ser realizada por critérios qualitativos, embasadas na presença ou não de trincas secundárias ou da morfologia de fratura. Este ensaio apresenta a vantagem de obter resultados em curto espaço de tempo e a uma condição de solicitação severa ^[57, 96].

5.4.2.1. Condições de Ensaios BTD

Para caracterizar a resistência à CST e susceptibilidade a fragilização pelo hidrogênio, conferida por cada condição de soldagem, utilizou-se o método de ensaio de tração sob baixa taxa de deformação (BTD). Estes ensaios foram realizados no Laboratório de Corrosão do Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da COPPE/UFRJ. Os corpos de prova para os ensaios apresentaram as dimensões indicadas e a forma de retirada na figura 58.



Figura 58. Dimensões (mm) dos corpos de prova para os ensaios BTD^[10].

Estes ensaios foram realizados segundo a Norma ASTM G129, em uma primeira etapa com corpos de prova cilíndricos expostos ao ar ou sem a influência do meio agressivo, sobre carregamento axial. Obtém-se com isso as propriedades originais dos materiais em estudo e possibilita obter, também, resultados de redução de área e alongamento para ter um padrão de comparação em relação aos corpos de prova testados em uma segunda etapa, os quais eram imersos nas soluções corrosivas da tabela 12, com a relação:

Razão = ensaios em meio agressivo / ensaios ao ar

Os ensaios em meio agressivo foram realizados a temperatura ambiente, utilizando dois corpos de prova tanto para o metais base como para as juntas soldadas das diferentes EPS's, na tabela 16 se apresenta a matriz de ensaios deste experimento. Foram utilizadas soluções de tiossulfato de sódio, sendo o hidrogênio obtido, proveniente dessa solução que gera H_2S na interface eletrólito/metal de acordo com as reações:

$$S_{2}O_{3}^{2-} + H^{+} + e^{-} = S + HSO_{3}^{2-}$$
(17)

$$S_{2}O_{3}^{2-} + 6H^{+} + 4e^{-} = 2S + 3H_{2}O$$
(18)

$$S + 2H^{+} + 2e^{-} = H_{2}S$$
(19)

$$4S + 4H_{2}S = 3H_{2}S + HSO_{4}^{-} + H^{+}$$
(20)

Tabela 16. Matriz de Experimentos para Ensaios BTD

MATERIAL	Meio	pН	% Tiossulfato	No. Ensaio	Código Cp
Metal Base X80-	Ar			1 - 2	1CB5, 1CB6
В	Tiossulfato	3,4	10 ⁻³	12 - 13	1CB7, 1CB8
Metal Base X56-	Ar			11	2CB7
С	Tiossulfato	3,4	10 ⁻³	14	2CB8
	Ar			3 - 4	1C14, 1C15
	Tiossulfato	3,4	10 ⁻³	15 - 16	1C24, 1C25
Junta X80-1	Tiossulfato	4,4	10 ⁻³	23 - 24	1C34, 1C45
	Tiossulfato	3,4	10-4	25 - 26	1C39, 1C30
	Tiossulfato	4,4	10^{-4}	39 - 40 - 46	1CE3, 1C38, 1C20
	Ar			5 - 6	2C14, 2C15
	Tiossulfato	3,4	10 ⁻³	17 - 18	2C24, 2C25
Junta X80-2	Tiossulfato	4,4	10 ⁻³	33 - 34	2C34, 2C35
	Tiossulfato	3,4	10 ⁻⁴	27 - 28	2C45, 2C18
	Tiossulfato	4,4	10 ⁻⁴	41	2C26,
	Ar			7 - 8	3C14, 3C15
	Tiossulfato	3,4	10 ⁻³	19 – 20 - 52	3C24, 3C25, 3C37
Junta X80-3	Tiossulfato	4,4	10 ⁻³	35 - 36 - 50	3C44, 3C17, 3C35
	Tiossulfato	3,4	10^{-4}	29 - 30	3C27, 3C29
	Tiossulfato	4,4	10 ⁻⁴	42 - 43	3C20, 3C36
	Ar			9 – 10 - 47	4C14, 4C15, 4C37
	Tiossulfato	3,4	10-3	21 – 22 - 51	4C24, 4C25, 4C36
Junta X80-4	Tiossulfato	4,4	10-3	37 - 38 - 49	4C34, 4C35, 4C18
	Tiossulfato	3,4	10 ⁻⁴	31 - 32	4C44, 4C45
	Tiossulfato	4,4	10-4	44 - 45	4C16, 4C17

A máquina de tração utilizada nos ensaios BTD, permite uma grande flexibilidade de escolha da velocidade de tracionamento, possibilitando uma variação da taxa de deformação entre os valores da ordem de 10^{-5} s⁻¹ até 10^{-10} s⁻¹. A

carga máxima admissível para este equipamento é de 200 kgf. (limitada pela capacidade da célula de carga). O sistema de instrumentação incorporado ao equipamento é composto por transdutores de carga e de deslocamento do travessão e por um sistema de aquisição de dados baseados em um computador com uma placa excitadora e analógico/digital. A figura 59 mostra uma montagem do ensaio BTD. Neste trabalho se utilizou uma taxa de deformação de 2,8x10⁻⁵s⁻¹ a temperatura ambiente.



Figura 59. Montagem de ensaio na maquina BTD.

5.5.CARACTERIZAÇÃO FRACTOGRÁFICA

As superfícies de fratura dos corpos de prova BTD e NACE foram analisadas quanto ao aspecto topográfico, na Pontifícia Universidade Católica, nos Laboratórios de Metalurgia e Tratamentos Térmicos com lupa microscópica, microscópio óptico e no Laboratório de Microscopia Eletrônica com microscópio eletrônico de varredura DSM 960 da marca ZEISS.

Para determinar o avanço de trinca no material estudado, e observar os efeitos produzidos sobre os materiais durante os ensaios, foram feitas análises metalográficas da superfície de fratura, com microscopia ótica e de varredura. A

preparação das amostras consistiu inicialmente em cortar e embutir em baquelite um dos trechos do comprimento útil das superfícies de fratura obtidas dos corpos de prova ensaiados. A superfície lateral do cp foi lixada, obtendo-se uma seção longitudinal do comprimento útil (Figura 60). Em seguida, prosseguia-se o lixamento até lixa 1200 e o polimento até a pasta de diamante de 1 µm, fazia-se uma primeira visualização da superfície no microscópio.Em seguida era realizado ataque com Nital 2% para caracterização microestrutural.



Figura 60. Desenho esquemático do CP para análise fractográfico.

5.6. ANÁLISE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Os produtos de corrosão obtidos dos corpos de prova dos ensaios NACE que foram aprovados, ou seja, resistiram a 720 horas de ensaio, foram analisados pela técnica de difração de Raios X, para tentar determinar os compostos cristalinos formados no comprimento útil dos Cps.

As camadas de produtos de corrosão eram raspadas da superfície dos Cps e o pó obtido era analisado por difratometria no difratômetro Siemens D 5000 do DCMM da PUC-RJ. Os picos dos espectros obtidos foram identificados via software EVA.

Foram realizados ensaios de permeação de hidrogênio dos metais base e nas juntas soldadas, com o objetivo de comparar a susceptibilidade à permeação de hidrogênio nas soluções de ensaio mais e menos agressivas, avaliadas nos ensaios BTD.

Nos ensaios de permeação em célula de Devanathan se utilizaram Cps cortados pelo método de eletro-erosão para obter placas de espessura fina (3 mm) com 60 x 35 mm de comprimento e largura respectivamente (figura 61). Para estabelecer o contato elétrico, foi soldado um fio de cobre num extremo da placa e o conjunto era polido com lixa de granulometria 100 até 600 mesh.



Figura 61. CP para ensaios de permeação de Hidrogênio.

Utiliza-se uma célula eletroquímica de acrílico composta de dois compartimentos; o compartimento esquerdo é denominado lado catódico, onde há geração de hidrogênio atômico a partir da reação da solução em contacto com o metal. O outro compartimento, denominado lado anódico, é onde ocorre a oxidação do hidrogênio atômico. O corpo de prova que separa os dois compartimentos é o eletrodo de trabalho e possui uma área ativa (superfície ativa do metal na qual o hidrogênio se difunde) de 0,76 cm². Utilizou-se um eletrodo de calomelano como eletrodo de referência e como contra-eletrodo um eletrodo de platina ambos no lado anódico.

Uma solução de NaOH 1M (500 ml), era adicionada ao lado anódico, de modo a cobrir toda a superfície do CP. Foi medido o potencial entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência (potencial a circuito aberto) VS o tempo, até sua estabilização. Após a estabilização do sistema, aplicou-se um potencial constante de 100 mV_{HSC} acima do potencial em circuito aberto, o qual garante uma concentração nula do hidrogênio na superfície do CP no lado anódico, através da oxidação do hidrogênio atômico que atinge esta superfície. Decorrido um determinado tempo (aproximadamente 3 horas), ocorre a passivação da superfície do aço e, portanto a corrente no lado anódico apresenta um valor muito baixo, podendo, na prática, ser considerada nula ou uma corrente residual de passivação; até que o hidrogênio, na forma atômica, atinja este lado.

Após a corrente residual do lado anódico ser alcançada, era adicionado ao compartimento catódico as soluções de teste 1 e 4 da tabela 12. A seguir, a corrente era medida do lado anódico. O hidrogênio que chega à parte anódica é oxidado e isto faz com que a corrente aumenta a partir de zero, sendo uma medida direta, de acordo com a lei de Faraday, do fluxo de permeação de hidrogênio.

Foi utilizado para aquisição de dados, um computador e um multímetro Agilent, modelo 3440-1A. Nas figuras 62 e 63 pode-se observar o conjunto de aparelhagem experimental utilizado no ensaio de permeação. Os ensaios foram interrompidos quando se atingia o estado estacionário da corrente.



Figura 62. Montagem utilizada nos ensaios de Permeação de Hidrogênio.



Figura 63. Esquema de aquisição de dados do ensaio de permeação de Hidrogênio.