6. RESULTADOS

Considerando que esta tese é parte integrante de um projeto de pesquisa mais amplo que visa caracterizar o aço API 5L X80 quanto a sua aplicabilidade, neste capítulo serão apresentados alguns resultados obtidos em pesquisas anteriores, e que são necessários a posterior discussão, e os resultados obtidos nos ensaios de laboratório, medidas eletroquímicas, titulações e medidas potenciométricas, caracterização fractográfica e análise de camadas de produtos de corrosão, necessários para o cumprimento dos objetivos propostos nesta pesquisa. O principal objetivo deste trabalho é estudar a resistência à corrosão sob tensão e susceptibilidade a fragilização pelo hidrogênio em ambientes caracterizados pela presença de H₂S, em soldas circunferenciais de tubo API 5L X80.

6.1. PROPRIEDADES MECÂNICAS

6.1.1. Ensaios de Tração

Nas tabelas 17 e 18, são apresentados os dados obtidos dos ensaios de tração para o metal base e os dados fornecidos pelo fabricante dos consumíveis utilizados, respectivamente.

Tubo	LE _T (MPa)	LE _L (MPa)	LR _T (MPa)	LR _L (MPa)	(LE/LR) _T	(LE/LR) _L	(Ai/Ei) _T (%)	(Ai/Ei) _L (%)	
X80 - A	644	541	541 700		0,92	0,79	23	26,5	
X80 - B	602	542	682	663	0,88	0,81	30,9	27,1	
X56 - C	456	440	557	547	0,82	0,80	30,4	34	
X80 - API 5L	552-	552-690		-827	0,93	Max.	21% Elong.		
							Min.		
X56 – API 5L	386	-544	490-758				25% Elog. Min.		

Tabela 17. Propriedades Mecânicas do Metal de Base

Região	Consumível	LE (MPa)	LR (MPa)	Alongamento (%)
Raiz	E6010	483	581	25
Passe Quente	E8010-P1	524	641	24
Acabamento	E101T1GMH8	724	765	21

Tabela 18. Propriedades Mecânicas dos Consumíveis

Tabela 19. Valores médios dos ensaios de tração das juntas soldadas.

Junta	LE _T * (MPa)	LR _T (MPa)	(LE/LR) _T	(Ai/Ei) _T (%)	Local Ruptura
X80 - 1	601	655	0,92	22,3	Fora da Solda
X80 - 2	486	564	0,86	23,6	Fora da Solda
X80 - 3	611	670	0,91		Fora da Solda
X80 - 4	633	683	0,92		Fora da Solda
X80 - API 5L	552-690	621-827	0,93 Max.	21% Elong. Min.	Fora da Solda
X56 – API 5L	386-544	490-758		25% Elong. Min.	Fora da Solda

* Ainda que as Normas não especifiquem um LE para juntas soldadas, LE das juntas foram calculados considerando os mesmos critérios para os cálculos dos LE dos metais base.

Na tabela 19, são apresentados os valores médios dos resultados obtidos dos ensaios de tração das juntas soldadas pelos 4 diferentes processos. Todos os corpos de prova fraturaram no material de base, fora da junta soldada. A junta X80-1, embora não rompendo na solda, apresentou defeitos como apresentado na figura 64. Os corpos de prova dos outros processos de solda (X80-2, X80-3 e X80-4), ensaiados a tração não apresentaram defeitos na solda.



Figura 64. Defeito de solda apresentado nos ensaios de tração da junta X80-1

Na figura 65 é apresentada a comparação dos resultados obtidos para a junta X80-1 (eletrodo revestido) e os materiais bases dos tubos X80-A e X80-B. Podese observar, que quase todos os valores dos limites de escoamento e resistência se encontram acima dos valores mínimos especificados pela norma API 5L (LE = 552, LR = 621 MPa), exceto os valores médios dos limites de escoamento e resistência, calculados para os corpos de prova longitudinais dos materiais bases, os quais estiveram aproximadamente 2% abaixo do especificado, como deve-se esperar uma vez que a direção de aplicação de tensão é paralela a direção de laminação.



Figura 65. Comparação dos valores de resistência a tração obtidos para o processo com ER, junta X80-1 e os materiais base X80-A e X80-B.

A figura 66 mostra os resultados obtidos nos ensaios de tração para a junta soldada dissimilar X56/X80-A obtida com eletrodo revestido comparado com o metal base (MB) X56. Pode-se observar que os valores obtidos para os limites de escoamento (LE) e para os limites de resistência (LR), nos ensaios de tração para o metal base X56, estiveram acima dos valores mínimos exigidos pela norma API 5L (LE = 386, LR = 490 MPa).



Figura 66. Comparação dos resultados obtidos para o processo com ER (Junta dissimilar) X80-2 e MB X56 (na direção transversal e longitudinal a direção de laminação).

Os corpos de prova do processo de solda X80-2 fraturaram no material menos resistente, ou seja, X56, apresentando também valores acima dos valores obtidos para o MB. Este resultado concorda com o especificado na norma API 5L, para juntas soldadas, a qual diz que as juntas soldadas deverão fraturar em valores iguais ou superiores ao material base.

6.1.2. Ensaios de Microdureza

A tabela 20 apresenta o valor médio dos dados obtidos nos ensaios de microdureza HV10.

Pode ser observado que não existe uma tendência clara no comportamento da microdureza, na região do MS, ocorre aumento de microdureza, possivelmente provocada por um processo de precipitação fina e sua redução pode estar associado ao processo de coalescimento dos precipitados ^[70]. Observa-se tambem que existe maior variação do valor de microdureza no MS, isto pode ser conseqüência da microestrutura heterogênea, devido aos múltiplos passes e os diferentes consumíveis utilizados nos procedimentos.

Junta	Eixo	MB	ZTA (Direita)	MS	ZTA (Esquerda)	MB
	Superior	233	245,3	249,5	229,8	230
X80-1	Centro		228,5	235	234	
	Inferior	235	233,8	226	220,25	234
	Superior	197	201,5	257,5	236,8	251
X80-2	Centro		193,5	233	229	
	Inferior	198	201,3	212,3	220	237,5
	Superior	247,5	231,8	253,3	226,8	233,5
X80-3	Centro		239	240,5	227,5	
	Inferior	241,5	220,25	226,5	232,5	251
	Superior	252,5	241,3	274,5	256,8	251
X80-4	Centro		242	257,5	236,5	
	Inferior	242,5	242,5	249,5	237,5	255,5

Tabela 20. Média dos valores de microdureza Vickers obtidos para as diferentes juntas

6.1.3. Ensaios de Dobramento Lateral

Os resultados dos ensaios de dobramento lateral foram satisfatórios segundo a norma de avaliação API 1104^[82], sendo encontradas descontinuidades menores a 1/8 de polegada ou 3 mm. Na Tabela 21 são apresentados os valores percentuais dos corpos de prova que apresentaram descontinuidade. Esta tabela é complementada com o tipo e a média das dimensões das descontinuidades, sendo que as porosidades não podem ser maiores que 1/16" (1,6 mm) e as Inclusões de escória não podem medir mais de 1/8" (3 mm) em comprimento, segundo a norma.

JUNTA	% CP com descontinuidade	Tipo de descontinuidade	Média das dimensões das descontinuidades
X80-1	50 % (4 de 8 Cps ensaiados apresentaram descontinuidade < 3 mm.)	Porosidade Falta de fusão	Poros <1,6 mm. Falta de fusão < 0,52 mm
X80-2	62,5% (5 de 8 Cps ensaiados apresentaram descontinuidade < 3 mm.)	Porosidade Inclusão de escória Falta de fusão	Poros < 1,6 mm. Inclusão de escória < 0,21 mm. Falta de fusão < 0,9 mm.
X80-3	25% (2 de 8 Cps ensaiados apresentaram descontinuidade < 3 mm.)	Porosidade Inclusão de escória	Poros < 0,05 mm. Inclusão de escória < 3 mm.
X80-4	62,5% (4 de 8 Cps ensaiados apresentaram descontinuidade < 3 mm. e 1 Cp com descontinuidade > 3mm.)	Porosidade Inclusão de escória	Porosidade < 0,05 mm. Inclusão de escória < 1 mm.

Tabela 21. Resumo dos resultados obtidos nos ensaios de dobramento lateral.

6.2.DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE H₂S EM MEIOS CORROSIVOS COM TIOSSULFATO E SOLUÇÃO NACE.

Nos ensaios feitos com solução de tiossulfato ao submergir o material metálico no meio, a reação é quase imediata. Observa-se na figura 67 (a) (0 h) o início de um ataque diferenciado na junta soldada se comparada com o material de base. Após 5 horas de ensaio, figura 67 (b), a superfície do corpo de prova muda de brilhante para cor preta, apresentando a formação de bolhas na sua superfície, indicando a ocorrência da reação de formação de H_2S junto com a redução de hidrogênio.



(a)

(b)

Figura 67. Aspecto visual do corpo de prova (a) 0 Horas de ensaio (b) depois de 5 horas de ensaio.

Decorridas 30 horas de ensaio, figura 68, o corpo de prova é retirado do meio e seco com ar quente. A camada de produtos de corrosão formada (provavelmente sulfetos) é detectável por avaliação visual. Em todos os casos, a camada formada apresenta coloração preta aderente aos dedos, e em menor escala ao metal, com espessura heterogênea e porosa.



Figura 68. Condição dos corpos de prova (a) depois de 30 horas de ensaio. (b) depois de 45 horas de ensaio. Avaliação da camada de produtos de corrosão formada.

Após lavar o corpo de prova pode-se observar figura 69, a presença de um ataque diferencial nas regiões da linha de fusão e na ZTA da junta soldada e nos extremos angulares do material base. A camada remanescente foi retirada mediante decapagem com solução de Clarck. Pode-se observar, na figura 70, que ainda persiste o ataque seletivo nestas zonas mesmo após a decapagem.



Figura 69. Condição dos corpos de prova depois de tirar a camada de produtos de corrosão.

Ataque preferencial nos raios de concordância do material base

Ataque preferencial na linha de fusão e ZTA



Figura 70. Condição do corpo de prova depois do decapagem.

Na figura 71 se observa por microscopia eletrônica de varredura as superfícies corroídas de alguns dos corpos de prova ensaiados nesta etapa. Podese constatar pontos de corrosão localizada ou cavidades consecutivas formadas na superfície do corpo de prova nas zonas antes mencionadas (figura 70), formando uma seqüência de pites alinhados, a qual é um tipo de corrosão comumente apresentada em sistemas contendo NaCl juntamente com H_2S .



Figura 71. Imagem do MEV (25x), (a) Zonas atacada preferencialmente no ensaio com $pH=3.4 e 10^{-3}$ mol de tiossulfato de sódio. (b) Zona atacada preferencialmente no ensaio com $pH=4.4 e 10^{-3}$ mol de tiossulfato.



Figura 72. Imagem da cavidade (pite) e o espectro obtido no interior desta cavidade. Ensaio com pH= 3,4 e 10-3 mol de tiossulfato. 500x.

Análise por energia dispersiva EDS foi realizada nas zonas que continham pites (figura 72), e zonas onde ainda se tinha camada remanescente de produtos de corrosão (figura 73) e no material base (figura 74).

A presença do Cl no espectro EDS da figura 72, explica a corrosão localizada nesta região do corpo de prova, uma vez que ação deste íon pode ser responsável de quebra da camada de produtos de corrosão, expondo o metal ao processo corrosivo e gerando uma área anódica e positivamente carregada.

Nesta região anódica, o ferro sofre oxidação de acordo com a reação (1). O processo anódico vai ocasionar a migração de íons cloreto (Cl) para dentro do "pite" positivamente carregado, já que estes íons apresentam grande mobilidade e carga negativa. Como conseqüência, ocorrerá a formação do sal, FeCl₂. Este sal sofre hidrólise, gerando ácido clorídrico, HCl (de acordo com a reação (2)). O aumento da concentração de íons H⁺ acelera o processo corrosivo (reações 3, 4 e 5), pois haverá um ataque do material metálico pelo HCl formado, ocasionando também um decréscimo do pH.



Figura 73. Imagem de produto de corrosão depositado em um pite e o espectro obtido neste ponto. Ensaio com pH= $3,4 e 10^{-3}$ mol de tiossulfato. 200x.



Figura 74. Imagem da superfície corroída e o espectro obtido na superfície sem dano. Ensaio com pH= $3,4 e 10^{-3}$ mol de tiossulfato. 200x.

O espectro obtido na imagem 73 mostra a presença de enxofre (S), e oxigênio (O), indicando a formação de algum tipo de sulfeto e óxido de ferro. A EDS da figura 74 mostra apenas a presença de alguns elementos do metal de base.

As amostras de solução obtidas nos diferentes tempos de ensaio foram analisadas pelo método colorimétrico de azul de metileno no laboratório de Biocorrosão da PUC - Rio, de acordo com as especificações da norma N-1802^[88] da PETROBRAS. Os resultados obtidos para as soluções de tiossulfato são registrados na tabela 22 e comparados na figura 75. Os resultados do método colorimétrico de azul de metileno e de titulação potenciométrica (de acordo com a Norma N-2458^[87] da Petrobras), para as soluções NACE são apresentados na tabela 23 e na figura 76.

Condições de Ensaio	Tempo (h)	H ₂ S (ppm)
	0	0
	0.5	11.87
X80-01	5	20.62
pH = 3.4 %Tiossulfato = 10-3 mol	10	6.07
// 1105sultato = 10-5 mor	20	23.83
	30	6.20
	0	0
	0.5	7.88
X80-01	5	19.20
pH = 4.4	10	3.76
%Tiossulfato = 10-3 mol	20	21.52
	30	8.91
	45	31.43
	0	0
	0.5	20.23
X80-01	5	30.91
pH = 3.4	10	5.17
%Tiossulfato = 10-4 mol	20	26.78
	30	7.75
	45	22.68
	0	0
	0.5	9.81
Material Base	5	32.97
pH = 3.4	10	9.03
%Tiossulfato= 10-3 mol	20	29.75
	30	6.075
	45	63.35

Tabela 22. Resultados obtidos da determinação de H₂S pela técnica colorimétrica de azul de metileno para soluções com Tiossulfato.



Figura 75. Gráfico comparativo da concentração de H_2S em meios corrosivos com diferente pH e diferentes quantidades de tiossulfato.

Condições de Ensaio	Tempo	H ₂ S (ppm)
	0	0
	2,2	228,1
Método colorimétrico com azul de metileno	6	1095
pH = 3,4	10	888,6
Razão de vazão de H ₂ S rápida	14	872
	18	1112,6
	24	1137,9
	720	1304,8
	0	0
	2,2	933
Método potenciométrico	6	2560
pH = 3,4	10	2666,7
Razão de vazão de H ₂ S rápida	14	2240
	18	2133,3
	24	2533
	0	0
	2,2	89,81
	6	952,8
Metodo colorimetrico com azul de metileno pH = 4.4	10	1003,5
pH = 4,4	14	874,5
Razao de vazao de Π_2 S lenta	18	1282,1
	24	1196,4
	720	1286,3
	0	0
	2,2	426,7
Método potenciométrico	6	1386,7
pH = 4,4	10	2400
Razão de vazão de H ₂ S lenta	14	2186
	18	1866,7
	24	2666.6

Tabela 23. Resultados obtidos da determinação de H₂S pelo Método colorimétrico de azul de metileno e o Método potenciométrico, para soluções NACE.



Figura 76. Gráfico comparativo da concentração de H₂S medido por dos diferentes técnicas em meios corrosivos NACE com diferente pH e diferentes razões de vazão.

Na figura 75 pode-se observar que a concentração de H_2S aumenta durante as primeiras 5 horas de ensaio, após 10 horas a concentração de H_2S é reduzida quase uma ordem de magnitude, decorridas 20 horas aumenta e após 30 horas volta a reduzir, e aumenta novamente após 45 horas. Este comportamento pode ser atribuído á disponibilidade da superfície de reação do material para interagir com a solução.

Como neste tipo de meio corrosivo com tiossulfato, o H_2S é produzido na superfície do metal, pela interação do meio com o material, à medida que a reação ocorre vai-se formando uma camada de produtos de corrosão, que em um tempo determinado, pode converter-se em uma camada protetora. Porém, a camada de produtos de corrosão tende a ser porosa, quebradiça e a se diluir em função do efeito da diluição do ácido, Portanto, algumas zonas, onde a camada se apresenta quebrada ou enfraquecida, tornam-se locais disponíveis para reagir com o meio e aumentar, novamente, a produção de H_2S no sistema. A camada diminui a cinética de reação do meio com o material, e, portanto, a cinética de produção de H_2S do sistema.

Na figura 76, observa-se resultados diferentes obtidos pela técnica de titulação potenciométrica comparados com os resultados da técnica de colorimetria de azul de metileno. Embora os dois métodos indiquem a mesma tendência do comportamento do H₂S na solução, os valores obtidos de teor de H₂S nas soluções para os ensaios NACE são maiores, indicando que a técnica de titulação potenciométrica seria a mais certa a aplicar, devido a que este método se aplica a águas com H₂S e enxofre mercaptídico a partir de 1mg/ L, expresso como enxofre. Para valores abaixo desse limite, esta técnica não é eficiente, sendo aplicável o método colorimétrico de azul de metileno.

Pode-se também ver na figura 76, que nas primeiras horas de ensaio (10 horas), quando o sistema ainda não se encontra saturado de H_2S , a quantidade de H_2S dissolvido na solução é maior para o pH de 3,4 e razão de vazão rápida quando comparada com o sistema com pH de 4,4 e razão de vazão lenta. Depois de 15 horas de vazão do gás na solução, observa-se uma tendência do teor de H_2S dissolvido na solução a se estabilizar e permanecer constante, e obtiveram–se

resultados quase similares para os diferentes pH e as diferentes razões de vazão. Este comportamento poderia estar ocorrendo porque com certa concentração de H_2S o sistema se satura e não consegue dissolver mais H_2S gasoso na solução, quando o sistema atinge este valor de H_2S , o pH e a razão de vazão não tem uma influência significativa.

6.3.CURVAS DE POLARIZAÇÃO

As figuras 77, 78, 79, 80 apresentam as curvas de polarização catódica em regime potenciostático, dos metais de base X80-B e X56-C e das quatro juntas soldadas, nas soluções utilizadas em ensaios BTD, apresentadas na tabela 12. Pode-se observar que as curvas de polarização dos diferentes materiais (metal base e juntas soldadas) submersos no mesmo meio, não apresentam variações significativas sendo muito similares. Este resultado decorre do fato destes materiais serem enquadrados na mesma categoria, se vistos do ponto de vista exclusivo da corrosão, pois nenhum deles contém algum elemento em sua composição, adicionado com o objetivo específico de conferir uma maior resistência a corrosão. Este comportamento se manteve em todos os ensaios, para os diferentes meios (excetuando o X56 na solução 3), indicando que o comportamento médio estacionário da interface metal-eletrólito, traduzido por essas curvas, não sofreu nenhuma variação significante.



Figura 77. Curvas de Polarização Catódica na Solução 1.



Figura 78. Curvas de Polarização Catódica na Solução 2.



Figura 79. Curvas de Polarização Catódica na Solução 3.



Figura 80. Curvas de Polarização na Solução 4.

Em todos os meios ensaiados, o comportamento das curvas catódicas apresenta um desvio (Corrente limite) da relação linear potencial com densidade de corrente, na solução 1 e 3 na faixa de -0,75 a -1,1 V e solução 2 e 4 na faixa de

-0,78 a -1,0 V , sendo assim o processo desenvolvendo-se na polarização catódica independente do potencial nestas faixas.



Figura 81. Curvas de Polarização anódica na Solução 1.



Figura 82. Curvas de Polarização anódica na Solução 2.

Nas figuras 81 a 84 podem ser observadas curvas de polarização anódica, com resultados similares para os metais base e juntas soldadas, todos os ensaios

apresentaram comportamento de dissolução ativa. Observa-se um deslocamento para a esquerda, dos valores de densidade de corrente obtidos para todos os materiais na solução 4, indicando diminuição da corrente e conseqüentemente menor velocidade de corrosão, caracterizado por pH menos ácido e concentração de tiossulfato menor, quando comparado com os outros meios.



Figura 83. Curvas de Polarização anódica na Solução 3.



Figura 84. Curvas de Polarização anódica na Solução 4.

Na figura 85 estão apresentadas superfícies dos corpos de prova utilizados nos testes eletroquímicos. Pode-se observar um ataque preferencial nas linhas de fusão e na ZTA das juntas soldadas, similar resultado foi obtido para os corpos de prova utilizados na caracterização de meios utilizados na primeira etapa. Para a junta X80-2 de materiais dissimilares (X80-A e X56-C) figura 85 (b), pode ser observada diferença no ataque em cada um dos extremos da junta. A aparência da camada formada é descontinua e de cor preto misturada com marrom, de fácil remoção.





(a)

(b)



Figura 85. Superfícies dos Cps para ensaios eletroquímicos. (a) Superfície da junta X80-1 após ensaio. (b) Superfície junta X80-2 após ensaio. (c) Superfície da junta X80-3 após ensaio. (d) Superfície d Junta X80-4 após ensaio.

6.4. ENSAIOS BTD

Os ensaios BTD foram inicialmente realizados ao ar, tanto para o metal de base como para as juntas soldadas de modo a obter uma base de comparação com aqueles realizados em solução. A reprodutibilidade de resultados no ar quanto em solução, foi muito boa, como pode ser observada nos gráficos representativos das curvas tensão-deformação nas figuras 86 a 91. Cada gráfico apresenta duas curvas obtidas para dois corpos de prova do mesmo material ensaiados nas mesmas condições.







Figura 88. Curva tensão-Deformação Junta X80-1 em solução 1.



Figura 87. Curva Tensão-Deformação Metal de Base X56 no Ar



Figura 89. Curva Tensão-Deformação Junta X80-2 em solução 2.





Figura 90. Curva Tensão-Deformação Junta X80-3 em solução 3.

Figura 91. Curva Tensão-Deformação Junta X80-4 em solução 4.

Para proporcionar uma melhor visualização dos resultados obtidos em cada uma das condições ensaiadas, nas figuras devorante será apresentada apenas uma curva representativa dos ensaios (ao ar e em solução), uma vez que já foi mencionada e apresentada a boa reprodutibilidade dos resultados.

As figuras 92, 93, 94 e 95, mostram as Curvas Tensão-Deformação obtidas nos diferentes ensaios realizados, em diferentes meios para cada junta.



Figura 92. Curvas Tensão-Deformação para a junta soldada X80-1 em todos os meios ensaiados, mostrando as superfícies de fratura obtidas.



Figura 93. Curvas Tensão-deformação para a junta soldada X80-2 nas diferentes soluções, com as superfícies de fratura obtidas de cada ensaio.



Figura 94. Curvas Tensão-deformação para a junta soldada X80-3 nas diferentes soluções de ensaio.



Figura 95. Curvas Tensão-deformação para a junta soldada X80-4 em todas as soluções de ensaio BTD.

72,2% dos corpos de prova nas diferentes condições ensaiadas em solução de tiossulfato de sódio, apresentaram considerável perda de ductilidade quando comparados com os ensaios ao ar. Pode ser observado nas figuras 92 a 95 que os ensaios ao ar apresentam maior valor de deformação (valor médio da percentagem de deformação ao ar = 16,4%) e menor valor de tensão de ruptura (valor médio = 280 MPa), em comparação com os ensaios em solução (valor médio da percentagem de deformação = 12,07% e média da tensão de ruptura = 344 MPa), confirmando a perda de ductilidade dos ensaios em solução.

Nas figuras 92 a 95 pode-se observar que não houve uma alteração significante do limite de escoamento, e quase todas as curvas em solução acompanham as curvas de ensaios ao ar, até o ponto de ruptura correspondente a cada ensaio. Na figura 90, pode-se observar que os corpos de prova da junta X80-2 (dissimilar) não apresentaram um limite de escoamento definido; na solução 2 a curva obtida foi bem próxima a curva obtida para o metal de base X80 ao ar. Nas outras soluções o limite de escoamento foi bem mais baixo, embora sempre estivessem acima do limite de escoamento do metal de base X56 ao ar. Este

comportamento indica uma contribuição nas propriedades mecânicas do metal de solda e metal de base X80 na junta soldada, já que em vários testes as fraturas ocorreram no metal de base X56, porém todas as curvas obtidas nestes testes apresentaram limites de escoamento maiores quando comparados com o limite de escoamento do metal base X56 ao ar.

159

A susceptibilidade dos materiais ensaiados em BTD pode ser avaliada de acordo com a equação (12)^[9]:

```
RRA = RA_1/RA_2 (12)
```

Onde RA₁ são os valores de redução de área obtidos em meio agressivo e RA2 os valores obtidos no ensaios ao ar, de acordo com a equação:

> RA = (área inicial - área final) / área inicial (13)

A tabela 24 mostra os resultados médios obtidos nos ensaios BTD, para alongamento (Al), redução de área (RA), tempo de ruptura (TR), e razão de redução de áreas (RRA). A redução de área para os corpos de prova ensaiados em solução, quando comprados aos ensaiados ao ar, indica perda de ductilidade significativa o que é coerente com a redução nos valores de deformação e menor estricção.

Tabela 24. Tabela da média dos valores obtidos para diferentes parâmetros dos ensaios BTD

		Ar			Solução 1			Solução 2				Solu	ıção 3	3		Sol	ução 4	4	
Material	Al	RA	TR	Al	RA	DDA	TR	Al	RA	DDA	TR	Al	RA	DDA	TR	Al	RA	DDA	TR
	mm	(%)	(min.)	mm	(%)	ININA	(min.)	mm	(%)	((min.)	mm	(%)	NNA	(min.)	mm	(%)	(mi	(min.)
MB X80	4,2	63,6	249	3,2	26,5	0,41	208												
MB X56	5,4	76,7	285	4,2	37,4	0,48	255												
Junta X80-1	4,1	67,3	254	2,2	18,3	0,27	167	2,9	39,6	0,60	153	2,0	13,1	0,20	161	3,6	68,6	1,02	212
Junta X80-2	4,0	75,2	218	2,2	31,8	0,42	154	3,7	68,0	0,90	220	2,2	40,3	0,53	163	2,9	69,2	0,92	216
Junta X80-3	3,8	69,7	233	2,4	17,0	0,24	172	3,7	68,0	0,97	223	2,4	23,6	0,34	185	3,9	72,1	1,03	228
Junta X80-4	3,2	66,8	206	2,3	23,3	0,31	163	3,6	68,9	0,93	213	2,6	23,6	0,32	172	3,8	71,7	0,97	226

A tabela 25 mostra o mapeamento da região de ocorrência da fratura nos ensaios BTD, para todos os corpos de prova das diferentes juntas, ensaiados em diferentes meios. 88% dos corpos de prova fraturaram no metal de base, sendo que 12% restante fraturaram no metal de solda ou na linha de fusão, e deste 12% que fraturaram no metal de solda a metade de corpos de prova pertencem à junta X80-1.

Corpo	_			Região	o de F	ratura	Trinc	Trincas Secundárias				
de prova	Junta	Solução	MB	MS	LF	ZTA	MB	MS	LF	ZTA		
1C14			x	-	_	-	-	-	_	-		
1C15	X80-1		X	-	-	_	-	-	-	-		
2C14			x	-	-	-	-	-	-	-		
2C15	X80-2	۸r	X	-	-	_	-	-	-	-		
3C14		AI	X	-	-	_	-	-	-	-		
3C15	X80-3		X	-	-	_	-	-	-	-		
4C14			х	-	-	_	-	-	-	-		
4C15	X80-4		х	-	-	-	-	-	-	-		
1C24	X700.4		-	Х	-	-	-	Х	х	х		
1C25	X80-1		Х	-	-	х	Х	-	х	х		
2C24	X /00 0		Х	-	-	-	Х	Х	-	-		
2C25	X80-2	1	Х	-	-	-	Х	Х	х	-		
3C24	X 00.2	1	Х	-	х	-	Х	Х	-	х		
3C25	X80-3		Х	-	х		Х	-	х	х		
4C24	V00 4		Х	-	х	х	Х	-	-	х		
4C25	X80-4		Х	-	-	-	Х	-	-	-		
1C34	X 00 1		-	Х	-	-	-	Х	-	-		
1C45	X80-1		Х	-	-	-	Х	-	-	-		
2C34	V00 2		Х	-	-	-	Х	Х	-	-		
2C35	X80-2		Х	-	-	-	Х	Х	-	-		
3C44	V00 2	2	Х	-	-	-	Х	Х	Х	Х		
3C17	X80-3		Х	-	-	-	Х	-	-	-		
4C34			Х	-	-	-	-	-	-	-		
4C35	X80-4		Х	-	-	-	Х	-	-	-		
4C36			Х	-	-	-	Х	-	-	-		
1C39	V90 1		-	Х	Х	-	-	Х	Х	-		
1C30	A00-1		-	Х	-	-	-	-	-	-		
2C45	X80.2		Х	-	-	-	Х	-	-	-		
2C18	A00-2	2	Х	-	-	-	Х	-	-	-		
3C27	X80.2	5	Х	-	-	-	Х	-	-	-		
3C29	A00-3		Х	-	-	-	Х	-	-	-		
4C44	X80 /		Х	-	-		Х	-	-	-		
4C45	A00-4		Х	-	-	-	Х	-	-	-		
1CE3			Х	-	-	-	Х	-	-	-		
1C38	X80-1		-	X	-	-	-	X	-	-		
1C20		4	Х	-	-	-	Х	Х	-	-		
2C26	X80-2		Х	-	-	-	Х	-	-	-		
3C20	X80-3		х	-	-	-	-	-	-	-		
3C36	A00-3		х	-	-	-	-	-	-	-		
4C16	X80-4		х	-	-	-	-	-	-	-		
4C17	A00-4		х	-	-	-	-	-	-	-		

Tabela 25- Mapeamento da região de ocorrência de fratura e presença de trincas secundárias nos ensaios BTD para as diferentes juntas nos diferentes ambientes.

A figura 96 mostra um gráfico de barras dos dados de redução de área obtida para cada material nas diferentes condições de ensaio. Observa-se que o melhor comportamento referente aos maiores valores de redução de área é apresentado pela junta X80-2 (média 52,3%), para as juntas X80-4 e X80-3 (média 46,9 e 45,2% respectivamente) se observam comportamentos similares, e a junta X80-1 foi a que apresentou valores mais baixos de redução de área (média 34,9%).



Figura 96. Gráfico comparativo da redução de área dos Cps testados nos diferentes ambientes.

Estes resultados junto com os dados da tabela 24, indicam que a junta X80-1 seria a mais susceptível à CST e fragilização pelo hidrogênio. Deve ser mencionado que esta junta possuía defeitos de solda, que embora estivessem dentro dos valores permitidos (< 3mm) para o procedimento ser aprovado,

segundo a norma API 1104^[82] (ver tabela 21), se vistos do ponto de vista exclusivo da corrosão, estes defeitos tem um papel importante, devido que podem estar atuando como concentradores de tensão ou armadilhas para o acúmulo de hidrogênio, promovendo a fratura antecipada do corpo de prova.

Comparando o efeito dos meios, pode-se ver na figura 97 que o meio menos agressivo é a solução 4 (pH=4,4 e 10^{-4} mol de tiossulfato) e mais agressivo é a solução 1 (pH=3,4 e 10^{-3} mol de tiossulfato).



Figura 97. Gráfico comparativo da Redução de área para as juntas soldadas ensaiadas em diferentes meios.

6.5. ENSAIOS NACE

6.5.1.Metal de Base

Os corpos de prova para os ensaios NACE dos metais base X80 e X56, resistiram às 720 horas de ensaio exigidas pela norma ^[9], nas diferentes soluções de ensaio. A figura 98 apresenta detalhes dos corpos de prova após serem retirados dos anéis de tração.



Figura 98. Cps ensaiados nos Ensaios NACE. (a) Cps Metal Base X80 em solução I (pH =3,4 razão de vazão rápida). (b) Cps Metal de base X56 solução I. (c) Cps de Metal de base X80 solução IV (pH = 4,4 razão de vazão lenta). (d) Cps de Metal de base X56 solução IV.

Após o término do ensaio, os corpos de prova foram avaliados por exame visual, lupa e por microscopia ótica e varredura. No exame visual e por lupa, aumento de 10X, nenhuma trinca secundária foi encontrada. Este resultado foi confirmado pelo exame de superfície utilizando líquidos penetrantes, figura 99. Este resultado indica que os metais de base X80 e X56 ensaiados em solução I e IV, estariam aprovados para trabalhar em ambientes ácidos.



Figura 99. Ensaio de líquido penetrante nos Cps dos ensaios NACE. (a). MB X80 em solução I (pH = 3,4 e razão de vazão rápida) (b) MB X56 em solução I. (c) MB X80 em solução IV (pH = 4,4 e razão de vazão lenta) (d) MB X56 em solução IV.

6.5.2. Juntas Soldadas

A tabela 26 apresenta a matriz de ensaios NACE com os resultados obtidos indicando tempo e local de fratura. Pode-se observar que nenhuma das juntas soldadas, independente dos processos estudados, seria aprovada pela norma NACE, Método A, Solução B (equivalente a Solução I), para trabalhar em ambientes ácidos.

Deve ser mencionado que a maior parte (77,6 %) das juntas não resistiram 720 horas de ensaio conforme requerido pela norma, mesmo quando submetidas a meios menos agressivos que a solução B (Soluções II, III e IV), como exemplificado pela junta X80-1 (figura 100).

MATERIAL	pН	Razão de Vazão H ₂ S	% LE aplicado	Código Cp	Horas de ensaio
	3,4	Dánida	-	1CB1	720 Horas. Sem trincas na superfície
	3,4	Kapida	90%	1CB2	720 Horas. Sem trincas na superfície
Metal Base X80	3.4	Lenta	90%	1BE6	720 Horas. Sem trincas na superfície
Michail Buse 1100	3,4	Lonta	2010	1BE8	720 Horas. Sem trincas na superfície
	4,4	Lenta	90%	1CB3	720 Horas. Sem trincas na superfície
	4,4			ICB4	720 Horas. Sem trincas na superficie
	5,4 2.4	Rápida	90%	2CB3	720 Horas. Sem trincas na superfície
Metal Base X56	<u> </u>			2CB0 2CB7	720 Horas. Sem trincas na superfície
	4.4	Lenta	90 %	2CB8	720 Horas. Sem trincas na superfície
	3.4			1C11	22.3 Horas. Fratura pela solda
	3,4	Rápida	85%	1C12	28Horas. Fratura pela Solda
	4,4	Dánida	100%	1C22	12,3 Horas. Fratura pela Solda
Junto V80 1	4.4	Kapida	100%	1C43	2,1 Horas. Fratura pela Solda
Juna A00-1	3,4	Lento	85%	1C27	720 Horas. Sem trincas na superfície
	3,4	Leilta	85 //	1C36	27,7 Horas. Fratura pela solda (LF)
	4.4	Lenta	90%	1CE4	18, 8 Horas. Fratura pela solda
	4,4			1CE5	5,4 Horas. Fratura pela solda (LF)
	3,4	Rápida	85%	2C11	67,4 Horas. Fratura pela Solda (MS)
	3,4	1		2012	10 (Heres Extremela workshow X5)
	4,4	Rápida	100%	2013	19,6 Horas. Fratura pelo metal base X56
	4,4			2C21	720 Horas. Americanto Trinogo Ionoitudinoio
	3,4 3.4	Lenta	85%	2031	720 Horas. Apresenta Trincas longitudinais
	3,4			2C32	720 Horas. Sem trincas na superfície
Junta X80-2	4,4	Lenta	100%	2C33 2C41	7 1 Horas. Fratura pela solda (MS)
	3.4			2C41	9.1Horas. Fratura pelo metal base X56
	3.4	Rápida	100%	2C43	12.0 Horas. Fratura pelo metal base X56
	4,4	D (11	250	2C16	115,5 Horas. Fratura pelo metal base X56
	4,4	Rápida	85%	2C17	57,0 Horas. Fratura pela solda (MS)
	3,4	Rápida	000	2C41,1	720 Horas. Sem trincas na superfície
	3,4	Kapida	90%	2CE7	175 Horas. Fratura pelo metal base X56
	3,4		85%	3C11	42,0 Horas. Fratura pela solda (MS)
	3,4	Rápida		3C12	720 Horas. Sem trincas na superfície
	3,4			3C32	37,5 Horas. Fratura pela solda (LF)
	4,4	Rápida	100%	3C13	66,3 Horas. Fratura pela solda (LF)
	4,4	1		3C21	40,8 Horas. Fratura pela Solda (LF)
	5,4 2.4	Lenta	85%	3031	17 Horas. Fratura pela solda (LF)
Junta X80-3	3.4			3C23	24.8 Horas Fratura pela solda (MS)
Juna X00-5	34	Rápida	100%	3C41	6 5 Horas, Fratura pela solda (LF)
	4.4			3C42	157.9 Horas. Fratura pela solda (LF)
	4.4	Rápida	85%	3C43	11.0 Horas. Fratura pela Solda (LF)
	3,4	D(11	000	3C16	7,8 Horas. Fratura pela solda (MS)
	3,4	Rapida	90%	3C26	30,8 Horas. Fratura pela solda (LF)
	4,4	Dánida	90%	3C28	12,9 Horas. Fratura pela solda (MS)
	4,4	Kapida		3C38	720 Horas. Sem trincas na superfície
	3,4	Ránida	90%	4C11	105,3 Horas. Fratura pela solda (MS)
	3,4	Rupica	20%	4C12	19,2 Horas. Fratura pela solda (MS)
	4,4	Rápida	100%	4C21	9,8 Horas. Fratura pela solda (MS)
	4,4	1		4C22	93,4 Horas. Fratura pela solda (MS)
	3,4	Lenta	85%	4C31	13,6 Horas. Fratura pela solda (LF)
Junta X80-4	3,4			4C32	162 Horas. Fratura pela solda (MS)
	3,4 3.1	Rápida	100%	4C42 4C43	0,1 HORAS. Fratura pela solda (LF) 28.3 Horas. Fratura pela solda (LF)
	<u> </u>			4045	720 Horas Não Apresenta Trincas (MEV)
	4.4	Rápida	85%	4C39	720 Horas. Não apresenta trincas
	3.4	D (11	05~	4C30	17.7 Horas. Fratura pela solda (MS)
	3,4	Rápida	85%	4C33	720 Horas. Apresenta Trincas grandes

Tabela 26. Resultados de Tempo e condição de fratura dos ensaios NACE



Figura 100. Corpos de prova NACE fraturados. (a) Junta X80-1 Solução I (pH = 3,4 razão de vazão rápida). (b) Junta X80-1 Solução II (pH = 3,4 razão de vazão lenta). (c) Junta X80-1 Sol III (pH = 4,4 razão de vazão rápida). (d) Junta X80-1 Solução IV (pH = 4,4 razão de vazão lenta).

A figura 101 apresenta uma comparação representativa de tempo de falha e a razão de vazão de H_2S no sistema. Não apresentando uma tendência quanto a resistência à CST quando comparados os sistemas de razão de vazão rápidas e lenta para as diferentes juntas avaliadas.



Figura 101. Gráfico comparativo de tempo de falha e condição de saturação de H_2S para Ensaios NACE com 85%LE de tensão aplicada e pH= 3,4.

As figuras 102 e 103, apresentam gráficos representativos de tempo de falha e tensão aplicada e pH, respectivamente.



Figura 102. Gráfico comparativo de tempo de falha e % de Tensão aplicada para Ensaios NACE com pH= 3,4 e condição de H_2S rápida.



Figura 103. Gráfico comparativo de tempo de falha e pH para Ensaios NACE com solução rápida de H_2S e 85%LE de tensão aplicada.

As figuras 102 e 103 também não mostram uma tendência geral para resistência à CST. Na figura 102 se observa que os menores tempos de falha para

todas as juntas ocorreram para 100% LE de tensão aplicada, para 85%LE obtiveram-se tempos de falha intermédios em uma faixa de 390 a 410 horas, para 90%LE não houve tendência. Na figura 103 os maiores valores de tempo de falha (valor médio = 390 horas) são mostrados para pH 3,4, nas juntas X80-2 e X80-3, mas para a junta X80-4 o maior valor de tempo de fratura (720 Horas) foi obtido para pH = 4.4.

Alguns dos corpos de prova da Junta X80-2 fraturaram pelo metal menos resistente, ou seja, pelo X56, embora que a tensão para esta junta foi a obtida no ensaio de tração do metal X56. Outros corpos de prova fraturaram pela solda. Na figura 104 são apresentadas os diferentes locais de fratura para a junta X80-2 ou não fraturas nos 4 meios testados.



Figura 104. Corpos de prova NACE fraturados. (a) Junta X80-2 Solução I (pH=3,4 rápida). (b) Junta X80-2 Solução II. (c) Junta X80-2 Sol III. (d) Junta X80-2 Solução IV.

A tabela 27 apresenta o mapeamento das regiões de ocorrência de fratura dos ensaios NACE para todos os ensaios realizados das diferentes juntas nos diferentes meios. 77,6% dos corpos de prova ensaiados fraturaram, desta percentagem, 13,2% fraturaram no metal de base, e a percentagem restante fraturou no metal de solda, na LF ou na ZTA. 22,4% dos Cps não fraturaram, e desta percentagem 45,4 pertencem à junta X80-2.

		Fra	tura	Tempo	Re	egião	de Fra	tura	Tri	ncas S	ecund	árias
Junta	Condição de ensaio	Sim	Não	de Ensaio (H)	M B	M S	LF	ZTA	M B	MS	LF	ZT A
T TO 0 4		х	-	23.3	-	х	-	-	-	X	-	-
X80-1		x	_	28	-	x	-	-	-	x	-	-
		x	_	67.4	-	x	-	_	-	x	-	_
X80-2	Sol. I (pH=3.4	-	v	720	_	-	_	_	v	x x	_	_
	Razão de vazão de	v	-	120	_	v			A V	A V		_
X80-3	H ₂ S rápida)	л	- v	720	-	Λ		_	Λ	Λ		-
	85%LE	- v	л	27.5	-	-	- v	-	-	- v	- v	- v
		X	-	17.7	-	-	Λ	-	-	A V	А	А
X80-4		X	- v	720	-	X	-	-	- v	X	-	- v
			л	0.1					л	л 		<u>л</u>
X80-2		X	-	9.1	X	-	-	-	-	X	X	X
	Sol. $I(pH=3.4)$	X	-	12	X	-	-	X	Х	-	X	X
X80-3	Razao de vazao de	X	-	24,8	-	-	-	X	Х	-	X	X
	H_2S rapida)	X	-	6,5	-	-	X	-	Х	Х	X	-
X80-4	100%LE	Х	-	8,1	-	-	X	-	Х	X	-	X
		Х	-	28,3	-	-	X	-	Х	X	-	X
X80-2		-	Х	720	-	-	-	-	-	-	-	-
	Sol. I (pH=3.4	Х	-	175	Х	-	-	-	Х	-	-	-
X80-3	Razão de vazão de H_2S rápida)	Х	-	7,8	-	Х	-	-	-	Х		
100.5		Х	-	30,8	-	-	Х	-	Х	Х	Х	х
X80-4	90%LE	Х	-	105,3	-	Х	-	-	-	Х	х	х
7100-4		Х	-	19,2	-	Х	-	-	-	Х	-	х
X80.1		-	х	720	-	-	-	-	-	-	-	-
A00-1	Sol. I (pH=3.4	х	-	27,7	-	-	Х	-	Х	-	Х	х
V 00.2		-	Х	720	-	-	-	-	Х	Х	-	-
A80-2	Razão de vazão de	-	х	720	-	-	-	-	-	-	-	-
V00 2	H ₂ S lenta)	х	-	17	-	-	х	-	Х	-	х	х
X80-3	85%LE	х	-	92,2	-	х	-	-	-	Х	-	-
3700 4		х	-	13,6	-	-	х	-	-	Х	х	-
X80-4		х	-	162	-	х	-	-	-	X	-	-
		x	-	12.3	-	x	-	-	-	X	-	-
X80-1		x	_	3.1	-	x	-	_	-	x	-	_
	Sol III (nH-14	x x	_	19.6	v	-	_	_	v	-	_	
X80-2	Razão de vazão de	x x	_	13.6	-	_	v	_	x x	v	v	v
	H ₂ S rápida)	x x	_	66.3	_	_	x x	_	x x	x x	-	x x
X80-3	100%LE	A V	_	40.8	_	_	A V		A V	A V		A V
	TOORELL	A V	_	9.8	_	v	<u>л</u>		<u>л</u>	A V		<u>л</u>
X80-4		A V	_	03.4	_	A V				A V		_
		A V	_	115.5	- v		-	-	- v	<u>л</u>	-	-
X80-2	Sol III (pU-1 1	A V	-	57	л	- v	-	-	Λ	- v	-	-
	Sol. III (p⊓=4.4	X	-	157.0	-	А	- v	-	- v	A V	-	- v
X80-3	Kazao ue vazao ue	X	-	137,9	-	-	X	-	X	X	-	X
	П ₂ 5 Гаріца) 850/1 Г	X	-	720	-	-	X	-	X	X	-	X
X80-4	0J70LE	-	X	720	-	-	-	-	-	-	-	-
<u> </u>		-	X	/20	-	-	-	-	-	-	-	-
X80-1	Sol. IV (pH=4.4	Х	-	18,8	-	Х	-	-	Х			
	Razão de vazão de	Х	-	5,4	-	-	X	-	Х	-	X	X
X80-2	H_2S lenta)	-	X	720	-	-	-	-	-	-	-	-
	90-100%LE	Х	-	7,1	-	Х	-	-	-	X	-	-
X80-3	Sol. III pH=4.4 Razão de vazão de	х	-	12,9	-	х	-	-	-	х	-	-
X80-3	H ₂ S rápida 90%LE	-	х	720	-	-	-	-	-	-	-	-

Tabela 27. Mapeamento da região de ocorrência e a presença de trincas secundárias obtidas nos ensaios NACE para as diferentes Juntas nos diferentes ambientes.

Sendo assim indicada a junta X80-2 com melhor desempenho nos testes NACE. Este dado é confirmado ao observar tempos de falha maiores obtidos para a junta X80-2 quando comparados com as outras juntas, nas figuras 101 e 102.

A figura 105 apresenta os Cps da junta X80-2, que não fraturaram nas diferentes condições de ensaio e resistiram as 720 horas especificadas pela norma, embora apresentaram trincas secundárias ao serem avaliados com o ensaio de líquidos penetrantes.



Figura 105. (a) Junta X80-2 Cp 2C12 em solução I (pH=3,4 e razão de vazão rápida). (b) Trincas transversais na superfície após ensaio de líquidos penetrantes. (c) Junta X80-2 Cp 2C31 em solução II (pH = 3.4 razão de vazão lenta). (d) Trincas longitudinais na superfície após ensaio de líquidos penetrantes.

60% dos CPs da junta X80-3 fraturaram na linha de fusão e na ZTA, o fato das fraturas ocorrerem na LF e ZTA, pode ser devido a que as mudanças microestruturais que ocorrem no processo de soldagem nestas regiões podem ser mais susceptíveis à fragilização pelo hidrogênio. No entanto, 27% dos Cps fraturaram pelo metal de solda na parte central, e 13% não fraturou. A figura 103 apresenta Cps representativos da junta X80-3, testados nas diferentes soluções, pode-se observar os diferentes locais onde a fratura ocorreu nas diferentes condições de ensaio.





Figura 106. (a) Junta X80-3 Cp 3C21 Solução III (pH = 4,4 razão de vazão rápida). fratura na LF. (b) Junta X80-3 Cp 3C42 em Solução III, fratura na LF. (c) Junta X80-3 Cp 3C33 Solução I (pH = 3,4 razão de vazão rápida), fratura na ZTA. (d) Junta X80-3 Cp 3C23 Solução II (pH = 3,4 razão de vazão lenta), fratura no MS.



(c)

(d)

Figura 107. Cps Junta X80-3. (a) Cp 3C12 em solução I. (b) Cortes transversais do Cp para Análise da camada. (c) Cp 3C38 em solução III. (c) Cp 3C38 após líquido penetrante

Os Cps da junta X80-3, 3C12 (pH = 3,4 e razão de vazão rápida) e 3C38 (pH = 4,4 razão de vazão rápida), os quais resistiram as 720 horas de ensaio sem
fraturar, ao serem examinados visual e macroscopicamente nenhum deles apresentou trincas. O Cp 3C12 foi embutido em resina a frio para analisar a camada de produtos de corrosão formada na superfície (figura 107). No Cp 3C38 foi aplicado líquido penetrante e revelador evidenciando ausência de trincas (figura 107).

A Junta X80-4 teve um comportamento similar ao da junta X80-3, a maioria dos corpos de prova fraturaram no metal de solda (50%), 25% fraturou na linha de fusão e 25% não fraturou. Na figura 108 podem-se apreciar Cps fraturados nestes testes nas diferentes condições de ensaio.



Figura 108. (a) Junta X80-4 Cp 4C11 em Solução I (pH = 3,4 razão de vazão rápida), 90%LE. (b) Junta X80-4 Cp 4C21 em Solução III (pH = 4,4 razão de vazão rápida), 100%LE. (c) Junta X80-4 Cp 4C30 em Solução I (pH = 3,4 razão de vazão rápida), 85%LE . (d) Junta X80-4 Cp 4C32 em Solução II (pH = 3,4 razão de vazão lenta), 85%LE.

Os Cps 4C26 (pH = 4,4 razão de vazão rápida), 4C39 (pH = 4,4 razão de vazão rápida), e 4C33 (pH = 3,4 razão de vazão rápida), resistiram as 720 horas de ensaio estabelecidas pela norma, sendo que o 4C26 e 4C39 não apresentaram trincas na sua superfície lateral e conseqüentemente esta seria a única combinação de material/ambiente/tensão que estaria aprovada segundo a norma. O Cp 4C26

foi embutido em resina para analisar a camada de produtos de corrosão. O Cp 4C33 ainda tivesse resistido às 720 horas de ensaio, apresentou trincas na superfície longitudinal. A figura 109 apresenta os Cp 4C39 e 4C33.



Figura 109. Junta X80-4. (a). Cp 4C39 (pH = 4,4 razão de vazão rápida), com camada de produtos de corrosão. (b) Cp 4C39 ensaio de líquido penetrante evidenciando ausência de trincas. (c). Cp 4C33 (pH = 3,4 razão de vazão rápida),com camada formada. (d) Cp 4C33 ensaio de líquidos penetrantes evidenciando a presença de trincas na elipse vermelha.

As curvas de tempo de falha ou não falha e tensão aplicada são apresentadas nas figuras 110 e 111, para a solução I (pH=3,4 e razão de vazão rápida) e solução III (pH =4,4 e razão de vazão rápida).



Figura 110. Curva de % de Tensão aplicada VS Log. Tempo de fratura para Solução I (equivalente à Solução NACE B com pH =3,4 e razão de vazão rápida) para todos os materiais estudados.

Como se pode observar na figura os metais base foram aprovados, mas nenhuma das juntas soldadas conseguiu ser aprovada nas diferentes condições de tensão em esta solução, indicando que a combinação deste meio tão agressivo (Solução B NACE) com valores de tensão menores do valor do limite de resistência a tração e inclusive do limite de escoamento, fazem que este material seja susceptível a CST.



Figura 111. Curva de % de Tensão Aplicada VS Log. de Tempo de Fratura para Solução III (pH = 4,4 razão de vazão rápida) para metais base e juntas soldadas.

A figura 111 mostra um único ponto que passou o tempo de ensaio para a junta X80-4 com uma tensão aplicada de 85%LE, no exame visual e macroscópico, os dois Cps ensaiados nesta mesma condição não apresentaram trincas, indicando que a junta soldada X80-4 poderia trabalhar em ambientes ácidos com estas condições.

6.6.CARACTERIZAÇÃO FRACTOGRÁFICA.

6.6.1. Ensaios de tração

As superfícies de fratura dos corpos de prova dos ensaios de tração, das juntas soldadas e dos materiais base foram analisadas fractograficamente mediante microscopia ótica e eletrônica de varredura. As superfícies foram preservadas com esmalte e armazenadas em dessecador, para conservar as condições originais, evitando a atmosfera.

Em todos os casos (metais base e juntas soldadas) os corpos de prova, fraturaram pelo material base e foram observadas características típicas de materiais que possuem fratura dúctil, como grandes estricções na seção longitudinal, alongamento dos grãos em sentido paralelo da tensão de tração e trincas na superfície de estricção, na figura 112 são apresentados aspectos característicos de superfícies representativas analisadas.



Figura 112. Análise macroscópica de corpos de prova de ensaios de tração.

Tanto os metais de base X56 e X80 quanto as juntas soldadas de todos os processos de soldagem, apresentaram características de fratura dúctil, uma região fibrosa no centro, uma zona radial ao redor da zona fibrosa e uma de cisalhamento nas bordas dos corpos de prova (figura 113), estas superfícies de fratura típicas dos aços estudados.



Figura 113. Superfície de fratura do Cp de tração T3B1 (Metal Base X80-B), aço API X-80 apresentando todas as zonas características de fratura dúctil.

A figura 114, apresenta um mapa das morfologias de fratura observadas. A característica principal é a formação e a coalescência de microcavidades esféricas ou parabólicas (dimples), típica de uma fratura dúctil.

A topografia das superfícies de fratura produzidas permitem deduzir que a fratura e produzida por uma mistura de um mecanismo de ruptura por cisalhamento e mecanismo de ruptura por rasgamento, devido à presença de dimples arredondados e parabólicos (cisalhamento) e dimples de rasgamento.

Código Cp	Zona Central (Fibrosa)	Zona Radial	Zona de Cisalhamento
T2S1 Aumento 500x Junta X80-2			
T2S1 Aumento 2000x Junta X80-2			
T4B2 Aumento 500x Metal Base X80			
T4B2 Aumento 2000x Metal Base X80			
T2B2 Aumento 2000x Metal Base X56			

Figura 114. Superfícies de fratura dos ensaios de tração mecânica no MEV, (500x e 2000x), apresentando fratura dúctil e impurezas.

6.6.2. Ensaios BTD

O aspecto macrográfico representativo dos corpos de prova ensaiados por BTD em diferentes meios (ar, solução 1 (pH =3,4 e 10^{-3} mol de tiossulfato) e

solução 4 (pH = 4,4 e 10-3 mol de tiossulfato)), esta mostrado na figura 115. Pode ser observado que a maior parte das fraturas ocorreu longe das juntas soldadas, a qual esta localizada no centro do comprimento útil do corpo de prova.



Figura 115. Aspecto macrográfico de Cps BTD testados em diferentes médios.

6.6.2.1.Metal Base ensaiado ao ar

Os corpos de prova do aço API X80 ensaiados ao ar apresentaram superfícies de fratura com as três regiões características de fratura dúctil, similar a aquela obtida no teste de tração tradicional. Na figura 116 observa-se que não há formação trincas na seção longitudinal.



Figura 116. Microscopia ótica da superfície de fratura típica do MB X80 após o ensaio BTD ao ar.

O MB X56 apresentou as mesmas características de fratura dúctil quando ensaiado ao ar. A figura 117 mostra a superfície de fratura característica obtida destes ensaios.



Figura 117. Microscopia ótica da superfície de fratura típica do MB X56 após o ensaio BTD ao ar.

A análise fractográfica das superfícies obtidas dos ensaios BTD ao ar revela uma morfologia de fratura dúctil onde se observa a superfície alveolar (figura 118) e a presença de inclusões. Análise por EDS (figura 119) indica a presença de sulfeto de manganês.



Figura 118. Vista da superfície de fratura do metal de base X80 no MEV. Ensaio BTD ao ar.



Figura 119. Aspecto das inclusões achadas no metal base X80 e espectro EDS de uma das inclusões analisadas.

Foram observadas trincas na superfície transversal do MB X80, referentes a delaminações. Espectros EDS obtidos em diferentes pontos desta superfície não indicam a presença de uma zona de composição diferente (figura 120).



Figura 120. Detalhes Macros e microscópicos de superfície delaminada no metal de base X80.

Foram realizadas análises da superfície lateral e analise microestrutural dos MB X56 e MB X80. Na figura 121 pode-se observar que a superfície lateral não teve a ocorrência de trincas secundárias e o MB X56 apresenta microestrutura bandeada de matriz ferrítica com perlita com o grão alongado no sentido de aplicação da tensão, em quanto que o MB X80 apresenta matriz ferrítica com o grão mais arredondado.



Figura 121. (a) MB X56 superfície de fratura vista no MO. (b) Detalhe da microestrutura bandeada após o ensaio BTD. (c) MB X80 superfície de fratura vista MO. (d) Detalhe da microestrutura ferrítica após o ensaio BTD.

6.6.2.2. Metal de Base ensaiado em solução

Os ensaios em solução tanto para o metal de base X80 quanto para o X56, apresentam uma superfície de fratura caracterizada por fratura dúctil (figura 122, 123), com trincamento secundário e a presença de trincas de delaminação.



Figura 122. Microscopia ótica da superfície de fratura corpo de prova MB X80 após o ensaio BTD na solução 1, com pH= $3.4 e 10^{-3}$ mol de tiossulfato.



Figura 123. Microscopia ótica da superfície de fratura corpo de prova MB X56 após o ensaio BTD na solução 1, com pH=3.4 e 10⁻³ mol de tiossulfato.

A observação por MO e MEV das superfícies de fratura do MB X80 obtidas a partir dos ensaios na solução $1(pH = 3,4 e 10^{-3}mol de tiossulfato, mostram duas morfologias de fratura, dúctil e por clivagem. Sendo, esta última restrita a algumas regiões (figura 124). Também se pode observar o aparecimento de trincamento$

interno e em forma de degraus (círculo vermelho figura 124), que possui morfologia diferente as trincas observadas anteriormente nas superfícies delaminadas, este trincamento interno pode ser causado pelo efeito de retenção do hidrogênio gerado pela solução de tiossulfato no metal.



Figura 124. Vista da superfície de Fratura do MB X80 Cp 1CB7 no MEV. Ensaio BTD em solução1.

A camada de corrosão formada nas laterais dos corpos de prova foi analisada por EDS de modo a detectar os elementos presentes, (figura 125 a e b). Estas mesmas superfícies laterais foram observadas por metalografia de modo a se associar a posição das trincas com as características microestruturais, e o caminho de propagação das trincas (figura 125 c).

Os espectros EDS das camadas de corrosão mostram a presença do oxigênio indicando a formação de algum tipo óxido de ferro, enxofre indicando a formação de sulfeto de ferro, e Ca como possível contaminação, os outros elementos que aparecem nos EDS são próprios do aço.

O início e propagação da trinca se observam pelo interior do grão, ocorrendo preferencialmente de modo transgranular (figura 125 c). Trincas mistas, ou seja, ocorrendo de modo transgranular e intergranular apareceram quando próximas do microconstituinte AM ou de pequenos grãos ferríticos.



Figura 125. MB X80 ensaio BTD em solução 1. (a) Superfície lateral com trinca. (b) Espectros EDS de diferentes pontos da camada de produtos de corrosão. (c) Presença de trincas no interior e no contorno de grão (círculos vermelhos) e microestrutura após o ensaio.

O metal de base X56 ensaiado na solução 1, apresenta morfologia de fratura similar a aquela apresentada pelo MB X80 (figura 126), com regiões dúcteis e de clivagem.



Figura 126. Vista da superfície lateral e superfície de fratura do MB X56 do ensaio BTD em solução 1 (pH = $3,4 e 10^{-3}$ mol de tiossulfato).

A superfície lateral do metal base X56 apresentou pites (figura 127 a), mostrando o efeito corrosivo da solução 1. Foram feitos EDS dentro de um pite e em zonas próximas a este, para determinar os elementos presentes (figura 127 b). É também observado trincas transgranulares (figura 127 c) como no metal base X80.

Os espectros dos EDS mostram a presença de do elemento Cl no interior do pite, caracterizando o mecanismo de corrosão localizada já discutido nos resultados de caracterização dos meios (ítem 6.2), enxofre e oxigênio indicando a formação de sulfetos e óxidos de ferro. Os outros elementos presentes são próprios do meio corrosivo ou do aço.



Figura 127. MB X56 ensaio BTD em solução 1. (a) Superfície lateral com pites. (b) Trincamento secundário e Espectros EDS dos diferentes pontos analisados. (c) Iniciação e propagação da trinca.



Todas as juntas ensaiadas ao ar, fraturaram fora da solda, próximo ao raio de concordância do corpo de prova (figura 128).

Figura 128. Micrografias dos Cps BTD das juntas soldadas testados ao ar evidenciando a localização da fratura.

O aspecto macrográfico das superfícies de fratura dos Cps das juntas X80-1, X80-2, X80-3 e X80-4, está apresentado na figura 129.

Para a junta dissimilar X80-2 pode-se assumir que a fratura ocorre no metal de base X56 de considerarmos os dados obtidos na curva tensão deformação (figura 93).



Figura 129. Detalhes Macrográficos das superfícies de fratura das juntas soldadas dos ensaios BTD ao ar.

Pode-se observar nas micrografias das seções laterais que não há trincas próximas a zona de estricção, como ocorreu com o metal base. A superfície de fratura dos Cps das juntas X80-1 e X80-4, apresentam superfícies de fraturas com características similares, onde se pode observar trincas (círculos vermelhos figura 129) próximas as bordas laterais perpendiculares a tensão aplicada. Estas trincas



apresentam características similares às superfícies delaminadas do processo de fabricação do aço.

Figura 130. Fractografia das superfícies de fratura das juntas soldadas dos ensaios BTD ao ar, vistas no MEV.

A Análise fractográfica revelou morfologia de fratura dúctil (figura 130) para os ensaios BTD no ar, similar ao mecanismo de fratura encontrado para o material de base.

Análise por EDS das trincas presentes no interior da superfície de fratura da junta X80-1 (cp 1C15) e junta X80-4 (cp 4C14) (figuras 131 e 132) respectivamente forneceram aspectos similares aquele encontrado para o metal de base (figura 120), indicando que estas trincas são provavelmente delaminações.



Figura 131. Junta X80-1 Espectros EDS em diferentes zonas da trinca na superfície de fratura do material.



Figura 132. Junta X80-4 Espectros EDS em diferentes zonas da trinca na superfície de fratura do material.

O espectro EDS 2 da superfície de fratura da junta X80-1 Cp 1C15 além de apresentar os elementos típicos do aço (Fe, Mn, C), indica a presença de Ca (utilizado seguramente no processo de desoxidação e dessulfetação do aço). Na parte interna próxima à borda da trinca, a presença deste elemento poderia tornar esta superfície, que em princípio deveria ser dúctil, em zonas microscopicamente frágeis ou em zonas mistas (dúctil/frágil). O espectro do EDS 2 na ponta da trinca

da junta X80-4 cp 1C14, detectou a presença de cromo, este elemento ainda que aumente às propriedades de resistência a corrosão, pode ter um efeito inverso nas propriedades mecânicas e na soldabilidade do aço.

6.6.2.4.Juntas Soldadas ensaiadas em Solução

Nos ensaios das juntas soldadas por todos os processos, foram identificadas superfícies de fratura com morfologias que indicam um mecanismo de fratura mista, apresentando grande quantidade de trincas secundárias transversais ao eixo de carregamento e pouca deformação para as soluções mais agressivas (solução 1 e 3). Para soluções menos agressivas (solução 2 e 4), a quantidade de deformação foi maior, apresentando superfícies de fratura similares aos ensaios ao ar. Será apresentada uma análise para cada uma das soluções.

6.6.2.4.1.Solução 1 (pH = $3,4 \text{ e } 10^{-3} \text{ mol de Tiossulfato}$)

A figura 133 apresenta micrografias características obtidas para cada uma das juntas estudadas na solução 1.

A junta X80-1 ensaiada na solução 1, sofreu pouca estricção (valor médio de 18,3% quando comparada ao valor médio de 67,3% obtida ao ar), apresenta um mecanismo de fratura mista, como mostra a figura 134 (a). O Cp 1C24 evidenciou na sua superfície de fratura transversal (o cp fraturou no MS), a presença de defeitos de solda, na figura 134 (b) pode-se observar este defeito, que parece ser uma inclusão de algum composto de Ti e Ca segundo o espectro EDS obtido. Na figura 134 (c) se observa o EDS obtido da superfície metálica



Figura 133. Superfícies de fratura transversal e visão lateral das diferentes juntas após ensaios BTD em solução 1.



Figura 134. Junta X80-1, ensaio BTD em solução 1. (a) Superfície de fratura transversal e características morfológicas antes e após remoção de produtos de corrosão. (b) Inclusão e espectro EDS. (c) Espectro EDS da superfície de fratura metálica da junta.

A junta X80-2 também se apresentou menor deformação (31,8% quando comparada com 75,2% obtida no ensaio ao ar) e maior quantidade de trincas secundárias na superfície lateral e transversal do que a junta X80-1. Na figura 135 podem-se observar as superfícies de fratura obtidas para estas condições de ensaio e a aparência das superfícies evidenciando o mecanismo de fratura mista.



Figura 135. Junta X80-2(a) Superfície de fratura transversal. (b) Trincas secundárias na superfície de fratura longitudinal. (c) Aparência da camada de produtos de corrosão. (d) Aparência da superfície transversal após remoção dos produtos de corrosão. (e) Zona de fratura dúctil. (f) Zona de fratura frágil.

A figura 136 apresenta micrografias características obtidas para a junta X80-3 na solução 1 de ensaios BTD. As superfícies de fratura dos Cps ensaiados nestas condições mostram as mesmas características de pouca estricção (17% quando comparado com 69,7% do ensaio ao ar) e trincas secundárias na superfície transversal e longitudinal.

Na superfície de fratura da junta X80-3 Cp 3C25 pode-se observar claramente trincas que têm o aspecto de degraus com inclinação de 45°, estas trincas são chamadas de Trincas Chevron^[101] e são caracterizadas por apresentar-se em depósitos multipasses com esta orientação definida. A figura 137 e 138 apresenta detalhes sobre este tipo de fratura.





Figura 136. Junta X80-3 (a) Superfícies de fratura transversal. (b) trincas secundárias na superfície de fratura longitudinal. (c) Aspecto da camada de produtos de corrosão. (d) Superfície de fratura escalonada. (e) Zona de fratura dúctil (dimples). (f) Zona de fratura frágil (quase clivagem).



Figura 137. Aspecto da superfície de fratura da junta X80-3 Cp 3C25. (a) Vista Lateral no MO mostrando as características das Trincas Chevron. (b) Microestrutura, iniciação e propagação de trinca, trincamento interno (setas vermelhas).

A Microestrutura da junta X80-3 (figura 137 -138) após o ensaio BTD, é matriz ferrítica com microconstituinte AM, com grãos alongados no sentido da tensão aplicada. O trincamento inicia em pontos de ataque localizado e propaga-se de modo transgranular para o interior do Cp. Microtrincas no interior do Cp produzidas pelo efeito do hidrogênio podem ser observadas também (setas figura 137).



Figura 138. Aspecto da superfície de fratura na vista lateral, microestrutura, modo de propagação da trinca e espectros EDS de diferentes regiões da junta X80-3 no MEV.

Os espectros dos EDS nas diferentes regiões da superfície fratura (pontas de trinca, topos e base dos escalões), indicam a presença só de elementos próprios do aço, o segundo EDS no topo do escalão mostra a presença de ouro, uma vez que nesta superfície foram depositadas 20 camadas de Au para proteger e evitar a distorção dos resultados com interferências da baquelite.

Os corpos de prova da junta X80-4 testada no ensaio BTD solução 1, fraturaram no metal de base, apresentando trincamento secundário longitudinal e trincamento interno transversal na superfície de fratura, como mostra a figura 139.



Figura 139. Junta X80-4 ensaios BTD em solução 1. (a) Trincamento secundário Cp 4C25. (b) Trincamento secundário Cp 4C24. (c) Trincamento interno na superfície transversal. (d) Aparência da superfície de fratura transversal do Cp 4C25. (e) zona de fratura dúctil Cp 4C25. (f) Zona frágil apresentando quase clivagem. (g) Aparência da superfície de fratura transversal do Cp 4C24. (h, i) Zona de fratura mista (dimples e quase clivagem).

As superfícies de fratura da junta X80-4 novamente indicam mecanismo de fratura mista, onde se misturam zonas de coalescimento de dimples (fratura dúctil) com zonas de quase clivagem (fratura frágil).



6.6.2.4.2. Solução 2 (pH = $4,4 e 10^{-3}$ mol de Tiossufato).

Figura 140. Superfícies de fratura lateral e transversal das diferentes juntas testadas para os ensaios BTD em solução 2.

A solução 2 pode ser considerada menos agressiva que a solução 1 (pois o pH = 4,4 é menos ácido), uma vez que as estricções obtidas para as juntas em esta solução foram maiores (Valor médio de 61% quando comparadas ao valor médio de 27,12% obtido para a solução 1).

A figura 140 apresenta superfícies representativas obtidas das diferentes juntas. Deve ser observado que o trincamento secundário se apresenta com menor severidade tanto na superfície longitudinal como na superfície transversal, quando comparado ao observado na solução 1. Observa-se também superfícies delaminadas, indicadas pelos círculos vermelhos.

A junta X80-1, fraturou no metal de solda, caracterização metalográfica indica a presença de defeitos de solda como falta de fusão e inclusões (figura 141). Este tipo de defeito pode atuar como concentrador de tensão e deste modo contribuir para a falha sem que ocorra deformação plástica significativa.



Figura 141. Caracterização fractográfica Junta X80-1 Cp 1C34 (pH=4,4 e 10⁻³ mol de tiossulfato). (a) Detalhes macros e micros da superfície de fratura evidenciando a presença de defeito de solda (falta de fusão). (b) Aspecto da superfície transversal apresentando mecanismo de fratura mista. (c) Espectro de EDS do defeito encontrado, evidenciando a presença de Cl e O, provenientes possivelmente da solução de ensaio.

O Espectro EDS da superfície de fratura da Junta X80-1 mostra a presença de O e Cl, possivelmente provenientes da solução, e indicando a contribuição de um mecanismo de corrosão localizada na rápida fratura do cp testado.

Os Cps da junta X80-2 apresentaram superfícies de fratura características de mecanismo dúctil (dimples) (figura 142). A superfície transversal mostra a presença de trincas de delaminação, com as mesmas características mencionadas anteriormente.



Figura 142. Junta X80-2. (a) Superfície de fratura transversal apresentando trincas de delaminação. (b) Detalhe de trincas de delaminação. (c) Fratura dúctil (dimples).

As superfícies de fratura das juntas X80-3 e X80-4 apresentaram as mesmas características de fratura dúctil e superfícies delaminadas, como aquelas observadas para a junta X80-2, como apresentado na figura 140.

6.6.2.4.3.Solução 3 (pH = $3,4 e 10^{-4}$ mol de Tiossulfato).

A figura 143 apresenta as superfícies das juntas soldadas testadas na solução 3 com ph=3,4 e 10^{-4} moles de tiossulfato de sódio. Embora sendo esta solução menos agressiva que a solução 1, as estricções obtidas nestes testes foram pequenas (valor médio de 25,15%), de forma similar às obtidas na solução 1 (valor médio de 27,12).



Figura 143. Superfícies de fratura lateral e transversal das diferentes juntas testadas para os testes BTD na solução de ensaio3.

As superfícies de fratura obtidas dos testes da junta X80-1, novamente apresentaram características interessantes para serem analisadas, os dois Cps fraturaram pelo material de solda, com pouca estricção (13,1%), devido a



Figura 144. Detalhes da superfície de fratura da junta X80-1 Cp 1C39 ensaio BTD em solução 3. (a) Superfície transversal com defeitos de solda. (b) Defeito de Solda (porosidade alinhada). (c) Defeito de Solda (inclusão). (d) Espectro EDS da inclusão.

O espectro EDS da inclusão encontrada na superfície de fratura, mostra só Fe e Mn, não se detectou a presença de nenhum outro elemento, indicando que a inclusão poderia ser de algum composto com Mn. Pode-se observar também porosidade alinhada localizada quase no centro do Cp.

A figura 145 apresenta análise de fratura para a junta X80-1 Cp 1C30, onde pode ser observado defeito de falta de fusão e inclusões na superfície transversal do cp. Pode-se observar que a superfície sem defeito apresenta características de fratura dúctil, com a presença de dimples.



Figura 145. Junta X80-1 Cp 1C30 ensaio BTD em solução 3. (a) Superfície transversal com defeitos de solda. (b) Detalhe da superfície transversal sem defeitos evidenciando mecanismo de fratura dúctil. (c) Defeito de solda (falta de fusão e inclusões). (d) Espectro EDS de inclusão. (e) Detalhe de defeito (falta de fusão). (f) Espectro EDS da falta de fusão.

As morfologias das superfícies de fratura obtidas para a junta X80-2 (figura 146), apresentam características de fratura mista (clivagem e dúctil).



Figura 146. Junta X80-2 ensaios BTD Solução 3. (a) Caracterização fractográfica Cp 2C45. (b) Caracterização fractográfica do Cp 2C18.

As superfícies de fratura das juntas X80-3 e X80-4 apresentam trincas em forma de degraus com inclinação de 45° (Trincas Chevron) ^[101], já definidas anteriormente neste capítulo. Na figura 143 pode-se observar esta morfologia que apresenta os mesmos detalhes expostos nas figuras136 e 137. O início e propagação da trinca é transgranular, iniciando em uma imperfeição ou em um ponto de ataque localizado (pite) como visto para as soluções anteriores.
6.6.2.4.4.Solução 4 (pH = $4,4 e 10^{-4}$ mol de Tiossulfato).

As superfícies de fratura dos ensaios BTD na solução 4 apresentam características similares aquelas obtidas nos ensaios com solução 2, os Cps mostram grandes estricções (valor médio de percentagem de redução de área 70,4%), quase similares as obtidas nos ensaios ao ar. O mecanismo de falha é quase dúctil, apresentando poucas zonas onde se mistura clivagem com zonas de dimples.

As superfícies de fratura longitudinais exibem poucas trincas secundárias, as superfícies transversais exibem as três zonas características de fratura dúctil, já mencionadas anteriormente, e trincas de superfícies delaminadas (círculos vermelhos), todas as fraturas ocorreram no metal de base como se pode observar na figura 147, exceto um corpo de prova da junta X80-1 que fraturou no metal de solda em função da presença de uma inclusão.

A junta X80-1 falhou em função de defeitos de solda (Cp 1C38), que provocaram sua fratura antecipada. Na figura 148 se observam os detalhes do defeito de solda (inclusão de escória) e os espectros EDS tirados nesta região de defeito, também se pode observar mecanismo de fratura dúctil nas regiões sem defeito do corpo de prova.

Este resultado confere o dito anteriormente em quanto à importância de defeitos de dimensões pequenas do ponto de vista da corrosão, uma vez que a API 1104 permite em ensaios destrutivos (Nick Break) inclusões de até 0,8 mm em profundidade e 3 mm em comprimento, mas para os ensaios de corrosão sob tensão e fragilização pelo hidrogênio, estes defeitos exerceram um papel muito importante, já que a fratura antecipada foi em função da presença de defeitos para este caso.

O EDS da zona do defeito mostra a presença de Ca, Al e Ti, elementos que podem provir do revestimento do eletrodo utilizado para a solda.



Figura 147. Superfícies de fratura lateral e transversal das juntas soldadas ensaiados nos testes BTD em solução 4.



Figura 148. Detalhes da superfície de fratura da junta X80-1 Cp 1C38. Caracterização do defeito de solda (inclusão de escória).

As superfícies de fratura para as juntas X80-2, X80-3 e X80-4, apresentam mecanismo de fratura dúctil, estricção média de 69,2%, 72,1%, 71,7% respectivamente, e poucas trincas secundárias, como se era de esperar uma vez que esta solução é menos agressiva. O início e propagação da trinca é transgranular como visto para todos os outros meios de ensaio. Na figura 149 se mostram algumas características das superfícies obtidas para estas juntas nestas condições de ensaio.



(c)

Figura 149. Detalhes das juntas soldadas, ensaio BTD em solução 4 (pH=4.4 e 10⁻⁴ mol de tiossulfato). (a) Junta X80-2 Cp 2C26. Aparência da superfície lateral e transversal e mecanismo de fratura dúctil. (b) Junta X80-3 Cp 3C20. Aparência da superfície transversal, superfície delaminada e mecanismo de fratura dúctil. (c) Junta X80-4 Cp 4C16. Aparência da superfície transversal e longitudinal (trinca secundária) e mecanismo de fratura dúctil.

6.6.3.Ensaios NACE

Na figura 150 são apresentadas as macro e micrografias obtidas em lupa, microscópio ótico e microscópio de varredura de alguns dos ensaios realizados em cada uma das juntas analisadas representando os resultados mais significativos. As abreviações após dos códigos dos Cps indicam a região onde a fratura ocorreu: FS = Fratura pela Solda. NF = Não Fraturou. FMB = Fratura pelo Metal Base. FIMS = Fratura Interface Metal-Solda.

Junta e Condições de Macrografia Macrografia Micrografia Micrografia ensaio X80-1 pH = 3.4H₂S=Saturado Tensão apli.=85%LE 1C11 = FIMS 1C12 = FS X80-2 pH = 3.4H₂S=Saturado Tensão apli.=85%LE 2C11 = FS 2C12 = NF X80-3 pH = 3.4H₂S=Saturado Tensão apli.=90%LE 3C11 = FS 3C12 = NF X80-4 pH = 3.4H₂S=Saturado Tensão apli.=90%LE 4C11 = FS 4C12 = FS X80-2 pH = 4.4H₂S=Saturado Tensão apli.=100%LE 2C13 = FMB 2C21 = FIMS

Figura 150. Macrografias e Micrografias obtidas de alguns dos testes NACE em diferentes condições de ensaio, representando os resultados mais significativos.

6.6.3.1. Metal de Base

Nenhum dos Corpos de prova do metal de base X80 ou X56 fraturou ou apresentou trincas na seção longitudinal. Assim sendo, não foram obtidas superfícies de fratura para serem analisadas fractograficamente.

6.6.3.2. Juntas Soldadas

As superfícies de fratura dos Cps que fraturaram nas distintas condições de ensaio nos Testes NACE foram analisadas em microscópio óptico e microscópio de varredura, a grande maioria das superfícies revelam ao igual que os ensaios BTD, mecanismo de fratura mista com aparição de zonas dúcteis (dimples) e zonas frágeis (planos de clivagem).

Nestes testes não se teve uma tendência marcada do comportamento dos Cps ensaiados nas diferentes condições ambientais (pH e teor de H_2S), como sim se obteve nos ensaios BTD, ou seja, tanto nos pH mais baixos como nos mais altos se obtiveram superfícies com pouca estricção, o mesmo acontece com o teor de H_2S e o nível de tensão aplicada. Por esta razão a análise fractográfica vai ser apresentada de uma forma mais geral, ou seja, apresentando só alguns corpos de prova por condições de ensaio.

6.6.3.2.1. Condições de ensaio 1: Solução I (pH=3,4, razão de vazão de H_2S rápida) e 85% LE tensão aplicada

A tabela 28 apresenta um resumo da resposta dos corpos de prova das diferentes juntas estudadas na condição de ensaio 1.

	Tempo de	Tipo de trinca		L ocol do
Junta	Fratura (média)	Secundária	Interna	fratura
X80-1	25 Horas	MB-MS	Х	MS - MS
X80-2	394 Horas	MS - MB		MS - NF
X80-3	381 Horas	MB-ZTA-LF- MS	Х	MS - LF
X80-4	368 Horas	MB-ZTA-MS		MS - MS

Tabela 28. Resumo das respostas das juntas soldadas na condição de ensaio 1.

Como comentado em item anterior, todos os corpos de prova das diferentes juntas fraturaram em regiões na interface metal solda (tabela 28), apresentando trincas secundárias na superfície longitudinal e as juntas X80-1 e X80-3 trincas internas na superfície transversal. A média dos tempos de fratura foi aproximadamente 385 horas, exceto para a junta X80-1 a qual fraturou em função da presença de defeitos de solda e será analisado mais adiante.

As figuras 151, 152 e 153 apresentam as observações gerais das juntas X80-2, X80-3 e X80-4, caracterizando o aspecto das superfícies longitudinais e transversais, trincamento apresentando e início e propagação da trinca.



Figura 151. Junta X80-2 NACE condição 1. (a) Superfície de fratura longitudinal. (b) Superfície de fratura transversal (fratura mista). (c) Detalhe de zona frágil (quase clivagem). (d,e) Trincas secundárias. (f) Propagação da trinca transgranular.

A junta X80-2 (cp 2C11) fraturou no metal de solda como é apresentado na figura 151 (a). A superfície de fratura transversal mostra mecanismo de fratura mista, apresentando zonas frágeis e zonas dúcteis. Trincas secundárias foram

observadas na superfície longitudinal e nenhuma trinca interna. O modo de propagação da trinca e transgranular (figura 151(f)).

Para a junta X80-3 um corpo de prova não fraturou e nem apresentou trincas internas e secundárias na superfície. O outro corpo de prova fraturado pode-se observar na figura 152, a superfície de fratura na vista longitudinal apresenta pouca estricção e a trinca iníciou-se na LF avançando para o interior do metal de solda. Na superfície transversal pode-se apreciar o mecanismo de fratura misto. A figura 152 (e) mostra a ocorrência de trincas no interior do Cp produzidas pelo efeito de fragilização do hidrogênio. O modo de propagação da trinca é transgranular.



Figura 152. Junta X80-3 NACE condição 1. (a) Superfície de fratura longitudinal. (b) Superfície de fratura transversal (fratura mista). (c) Detalhe de zona frágil (quase clivagem). (d) Trincas secundárias na superfície longitudinal. (e) Trincas internas (f) Propagação da trinca transgranular.

Para a junta X80-4 as regiões de fratura foram o MS e ZTA. A figura 153 (a) mostra a superfície de fratura na vista lateral onde pode ser observado que a



Figura 153. Junta X80-4 NACE condição 1. (a) Superfície de fratura longitudinal. (b) Superfície de fratura transversal (fratura mista). (c) Detalhe de zona frágil (quase clivagem). (d,e) Trincas secundárias. (f) Modo de propagação da trinca transgranular.

Pode-se observar nas figuras 154 e 155, a aparência das superfícies longitudinais com trincas secundárias e as superfícies de fratura transversais, obtidas pelo MEV em uma parte central dos corpos de prova da junta X80-1, os quais tiveram falhas imediatas (média do tempo de fratura 25 horas) em função da presença de defeitos no metal de solda. Novamente conferindo a importância de defeitos de pequenas dimensões (considerados aceitáveis pela norma API 1104) no processo de corrosão, uma vez que estes atuam como concentradores de tensão ou armadilhas para o acúmulo de hidrogênio, contribuindo com o processo de fragilização.



Figura 154. Junta X80-1 em condição de ensaio 1. Corpo de prova 1C11. (a) Macros da superfície longitudinal e transversal. (b) Trincas secundárias na superfície longitudinal e cavidades de corrosão localizada (pites). (c) Detalhe de defeito na solda (porosidade).



(b)



(c)

Figura 155. Junta X80-1 em condição de ensaio 1. Corpo de prova 1C12. (a) Macros superfície longitudinal e transversal. (b) Trincas secundárias na superfície longitudinal e pites. (c) Detalhe de defeito na solda (falta de fusão e inclusão de escória).

Foram feitos EDS da zona com defeitos (figura 156(a) e (b)) mostrada na figura 155, e conferiu-se a presença de inclusão uma vez que os espectros obtidos mostram elementos como Ti, Si, S, O, Ca, Mg, indicando a presença de material com diferente composição quando comparado com o metal de solda.



Figura 156. Espectros EDS de defeito de solda na junta X80-1 para teste NACE com condições de ensaio 1.

O corte transversal da junta X80-1 permite analisar o modo de início e propagação das trincas, o qual pode ser observado na figura 157. Na amostra polida a trinca se inicia na superfície provavelmente em um pite e se propaga em sentido perpendicular à direção da tensão aplicada.



Figura 157. Corte transversal de superfícies de fratura da junta X80-1, CPs 1C11 e 1C12, sem ataque químico, microscópio ótico, aumento 90x.

Uma vez atacada quimicamente a amostra polida, pode-se observar como a trinca avança trasgranularmente (figura 158).



Figura 158. Imagem transversal das superfícies trincadas da junta X80-1, CPs 1C11 e 1C12, no MEV, mostrando o modo de propagação transgranular da trinca.

6.6.3.2.2. Condição de ensaio 2: Solução II (pH = 4,4 e razão de vazão de H₂S rápida) e 100% LE tensão aplicada.

Nesta condição de ensaio, onde a solicitação mecânica é mais elevada, o 100% dos corpos de prova de todas as juntas testadas fraturou. Os locais de fratura

variaram do metal de base (12,5%), a linha de fusão (25%) até o metal de solda (62,5%). As superfícies laterais não apresentam quase deformação, trincamento secundário ocorreu em todas as juntas em quanto que trincamento interno não foi observado em nenhuma. A tabela 29 apresenta um resumo dos resultados obtidos nesta condição de ensaio para todas as juntas.

	Tempo de	Tipo de trinca		I ocal da
Junta	Fratura (média)	Secundária	Interna	fratura
X80-1	7 Horas	MS		MS
X80-2	16 Horas	MB-ZTA-LF- MS		MB - LF
X80-3	51 Horas	MB-LF-MS		LF
X80-4	52 Horas	MS		MS

Tabela 29. Resumo das respostas das juntas soldadas na condição de ensaio 2.





Figura 159. Detalhes macros e micrográficos da junta X80-1 ensaios NACE na condição 2. (a) Trincamento secundário na superfície longitudinal. (b) Modo de propagação da trinca.

A figura 159 apresenta imagens típicas da junta X80-1 para estas condições. Na figura 159 (a) pode-se observar as vistas laterais da superfície longitudinal com um apreciável número de trincas secundárias, figura 159 (b) mostra caminho de propagação da trinca.

Características similares foram observadas para as juntas X80-2, X80-3 e X80-4, conforme apresentado na figura 160.



Figura 160. Detalhes macroscópicos das superfícies laterais representativas das juntas X80-2, X80-3 e X80-4 com trincamento secundário na condição 2 de ensaios NACE.

A figura 161 apresenta detalhe da superfície de fratura da junta X80-3 por MEV, a qual apresenta o mecanismo de fratura misto, com regiões de fratura dúctil e de fratura frágil (clivagem).



Figura 161. Características do mecanismo de fratura para os ensaios NACE na condição de ensaio 2.

As juntas testadas nas outras condições de ensaio (Condição 3: pH 3.4, razão de vazão H₂S lenta, 85% LE tensão aplicada. Condição 4: pH = 4.4, razão de vazão de H₂S rápida e 85%LE tensão aplicada), apresentaram as mesmas características expostas para as condições 1 e 2. A tabela 30 e 31 apresentam um resumo das respostas obtidas das diferentes juntas na condição 3 e 4 respectivamente.

Tabela 30. Resumo das respostas das juntas soldadas na condição de ensaio 3.

Junta	Tempo de	Tipo de trinca		Local de
	Fratura (média)	Secundária	Interna	fratura
X80-1	374 Horas	MB - ZTA - LF		LF
X80-2	720 Horas	MB - MS		
X80-3	54,6 Horas	LF- MS		MS-LF
X80-4	87,8 Horas	LF - MS		MS -LF

Tabela 31. Resumo das respostas das juntas soldadas na condição de ensaio 4.

Junta	Tempo de	Tipo de trinca		Local de
	Fratura (média)	Secundária	Interna	fratura
X80-1				
X80-2	86,2 Horas	MB - MS		MB - MS
X80-3	84,4 Horas	MB-ZTA-MS	Х	LF
X80-4	720 Horas			

6.7. ANÁLISE DE CAMADA DE PRODUTOS DE CORROSÃO FORMADA

Foram realizadas análises das camadas de produtos de corrosão formadas nas superfícies de alguns dos corpos de prova testados nos ensaios NACE que não fraturaram, com o objetivo de determinar os produtos cristalinos formados e analizar a influencia da morfologia das camadas no processo de CST. Em algumas amostras foram analisadas as camadas na secção longitudinal e outras foram embutidas em resina epóxi a frio e cortadas na seção transversal, tentando evitar o dano da camada no processo de corte.



Figura 162. Macros e Micrografias obtidas para a junta X80-3 Cp 3C11 ensaio NACE. (a) Vista longitudinal do Cp com camada formada. (b) Cortes transversais após embutir em resina. (c) Micros por MEV em diferentes pontos dos cortes transversais para análise das camadas.

Análises por EDS das seções foram realizadas para determinar a composição química das diferentes camadas formadas. A figura 162 mostra o corte transversal e os resultados obtidos para a junta X80-3, testada com as condições de ensaio 1, ou seja, pH=3,4, razão de vazão de H₂S rápida, e 85%LE de tensão aplicada. Nesta amostra que resistiu às 720 horas de ensaio, também não foram identificadas trincas secundárias ou internas.



Figura 163. Espectros EDS de um ponto (camada com menor espessura no MS) no corte transversal da Junta X80-3 cp 3C11, para análise das camadas de produtos de corrosão formadas.

Foram realizados EDS em diferentes pontos dos cortes transversais obtidos da junta X80-3, para determinar a composição química da camada, a qual apresentava diferentes morfologias. As figuras 163 e 164, apresentam os resultados obtidos, que indicam a formação de algum tipo de óxido na camada mais próxima da interface metálica (referente ao espectro 1). A segunda camada (referente ao espectro 2), indica formação de um tipo de composto de enxofre (possivelmente makinawita), devido a que a leitura obtida para o elemento S apresentou um pico mais alto.



Figura 164. Espectros EDS de outro ponto (camada com maior espessura no MB) no corte transversal da Junta X80-3 Cp 3C11, para análise das camadas de produtos de corrosão formadas.

Os espectros obtidos nos dois diferentes pontos de corte da junta soldada, mostram resultados similares, indicando que a camada formada no MS (com menor espessura, figura 163) quanto a formada no MB (com maior espessura, figura 164) possuem os mesmos elementos, conseqüentemente a mesma composição. A diferença entre as camadas parece ser só na aparência, pois a formada no MS com menor espessura se observa mais compacta e com menos porosidade quando comparada à formada no MB.

A junta X80-4 (cp 4C26) testada na condição de ensaio 4, (ambiente com pH=4.4, razão de vazão de H₂S rápida e 85% LE de tensão aplicada) também não fraturou, nem apresentou trincas tanto na superfície longitudinal como na transversal. A figura 165 apresenta as micrografias e EDS obtidas na junta, para estas condições de ensaio, mostrando resultados similares aqueles apresentados na junta X80-3 em condição de ensaio1.

Uma camada de óxido, de aparência porosa e de pouca espessura (EDS espectro 1 da figura 165), é formada próxima à superfície metálica, uma camada de um composto de enxofre, de aparência menos porosa e de espessura maior (EDS espectro 2 da figura 165) cresce acima da primeira camada de óxido.



Figura 165. Macros e Micrografias e Espectros EDS do corte transversal da junta X80-4 (cp 4C26), para análise das camadas de produtos de corrosão formadas.



Figura 166. Imagens da camada de produtos de corrosão formada na superfície de corpo de prova da junta X80-3 para ensaios NACE.

As micrografias obtidas no MEV apresentam a camada formada com uma morfologia descontinua e porosa, composta por óxidos, sulfetos e cloretos, como indicam os EDS obtidos de diferentes zonas da camada (Figura 167, 168 e 169).

Nas figuras 168 e 169, podem-se observar os EDS de diferentes zonas das camadas formadas na interface MB – MS e no Metal base respectivamente. Nos espectros obtidos dos elementos que constituem a camada, se diferencia que a camada mais contínua está formada por Fe, Cl, Mn, Na e O, enquanto que a camada mais porosa está constituída por S, Fe, O e Na.



Figura 167. Morfologia da camada de produtos de corrosão formada na superfície longitudinal do corpo de prova da junta X80-3, pH=4.4, H_2S = rápida.



Figura 168. Camada da Interface Metal-Solda.



Figura 169. Camada do metal de base.

A superfície longitudinal do corpo de prova da junta X80-2 (2C32), visualmente (ao olho nu) apresentava uma camada com formação de cristais brilhantes acima de uma camada porosa e irregular de cor preta. A figura 170 mostra as macros do corpo de prova testado em um ambiente de pH= 3,4, razão de vazão de H₂S lenta e 85% LE tensão aplicada.



Figura 170. Macros da junta X80-2 (cp 2C32). Vistas laterais da camada de produtos de corrosão formada sobre a superfície longitudinal.

Micrografias da camada de produtos de corrosão (figura 171), mostram a diferença entre a primeira camada formada, a qual tem uma aparência uniforme, porosa e de cor preta, e acima desta a formação e crescimento de cristais com geometria colunar possivelmente de um sulfeto mais puro.



Figura 171. Micrografias por MEV das diferentes morfologias da camada de produtos de corrosão formada na junta X80-2.

Para ter um melhor conhecimento do mecanismo de formação destas camadas, foram realizados EDS em diferentes pontos das diferentes formas morfológicas encontradas neste ensaio. As figuras 172, 173 e 174 apresentam os resultados obtidos.

Pode-se observar nestas figuras, nos espectros obtidos das camadas que aparentemente se formaram primeiro, a presença de oxigênio como um dos elementos que a constitui, pelo que se poderia afirmar que inicialmente se forma uma camada de óxido, esta camada começa a se transformar em sulfeto enriquecendo em enxofre. Acima desta camada inicia o crescimento de cristais de geometria colunar, aparentemente de sulfeto de ferro.



Figura 172. Micrografias do MEV da camada uniforme mais próxima a superfície metálica e dos cristais formados de produtos de corrosão da junta X80-2.



Figura 173. Espectros EDS de cristais e da camada próxima aos cristais no ensaio NACE da junta X80-2 (cp 2C32).



Figura 174. Espectros EDS de cristais e da camada uniforme afastada aos cristais no ensaio NACE da Junta X80-2 (cp 2C32).

Também foi feita uma análise em um corpo de prova da junta X80-2 testada em solução com pH=3,4 e 10^{-4} mol de tiossulfato, dos ensaios BTD, para tentar comparar o mecanismo de formação de camada com ensaios NACE, ainda que a duração do ensaio seja muito menor, e as camadas formadas durante o tempo de ensaio BTD tenham menos espessura. Os resultados são apresentados na figura 175.

A EDS obtida em um amontoado de produtos de corrosão na camada referente ao espectro 1 da figura 175, indica a formação de um composto empobrecido de óxido e enxofre. Os cristais com aparência de pontos brancos indicam a formação de um óxido enriquecendo em enxofre.



Figura 175. Micrografias e espectros EDS da camada de produtos de corrosão formada na Junta X80-2 (cp 2C26) dos ensaios BTD em solução com pH=4.4 e 10⁻⁴ mol de tiossulfato.

Foram retiradas camadas de produtos de corrosão de diferentes superfícies dos corpos de prova de ensaios NACE e levadas para análise de Raios X, com a finalidade de identificar os compostos presentes nas camadas. Nos espectros obtidos (Figura 176, 177, 178, 179, 180 e 181) na maior parte das amostras se detectou a presença de Halite (Cloreto de Sódio) e Mackinawita (Sulfeto de Sódio), conferindo o observado nos espectros EDS de análises de camadas. Em



algumas amostras foi detectado a presença de óxidos e de outros compostos de sulfeto.

Figura 176. Difractograma Raios X para camada de produtos de corrosão de ensaios NACE. Junta X80-3 (cp 3C12) em solução com pH = 3,4, razão de vazão de H₂S rápida.



NACE. Junta X80-4 (cp 4C26) em solução com pH=4,4, razão de vazão H_2S rápida.







Figura 179. Difractograma Raios X da camada de produtos de corrosão de Ensaios NACE. Metal Base X56 (cp 2CB6) em solução com pH=3,4, razão de vazão H₂S rápida.









6.8. ENSAIOS DE PERMEAÇÃO DE HIDROGÊNIO.

Foram realizados ensaios de permeação por hidrogênio utilizando duas das soluções usadas nos ensaios BTD, a solução 1 com pH=3.4 e 10⁻³ moles de tiossulfato (meio mais agressivo) e a solução 4 com pH=4.4 e 10-4 mol de tiossulfato (meio menos agressivo), com o objetivo de comparar a susceptibilidade das juntas estudadas a permeação e conferir a ocorrência do processo de permeação a partir das soluções utilizadas. Todos os ensaios foram iniciados no potencial de corrosão e uma vez estabilizado, era imposto um potencial de 100 mV acima do potencial de circuito aberto. Quando a corrente residual de passivação foi atingida, a solução de ensaio era adicionada no compartimento catódico, e a corrente de permeação era medida no compartimento anódico.

As curvas obtidas são apresentadas nas figuras 182 a 185, estes resultados mostram a evolução do fluxo de permeação com o tempo. O fluxo de corrente de permeação foi calculado dividindo-se a corrente pela área do corpo de prova exposta no ensaio e multiplicada pela espessura.



Figura 182. Curvas de permeação de hidrogênio para metal de base X80 e junta soldada X80-1 em Solução 1 e 4 dos ensaios BTD.



Figura 183. Curvas de permeação de hidrogênio para metal de base X56 e X80 e junta soldada X80-2 em solução 1 e 4 dos ensaios BTD.



Figura 184. Curvas de permeação de hidrogênio para metal de base X80 e junta soldada X80-3 em solução 1 e 4 dos ensaios BTD.



Figura 185. Curvas de permeação de hidrogênio para metal de base X80 e junta soldada X80-4 em solução 1 e 4 dos ensaios BTD.

As curvas obtidas de todos os materiais ensaiados na solução 4 indicam que não há permeação no tempo de ensaio, pois a corrente permaneceu constante e não aumentou. Conseqüentemente não ocorre o processo de adsorção do hidrogênio para o interior do material, e o fenômeno de fragilização não ocorrerá. Também se pode ver que o material mais susceptível a permeação foi a junta soldada X80-1, seguido pelo MB X56 e na ordem decrescente MB X80, junta X80-4, junta X80-2 e a junta X80-3 foi o material menos susceptível.

Foram também feitas análises no microscópio ótico e no MEV das camadas de produtos de corrosão depositados na superfície de alguns dos Cp testados nos ensaios de permeação. A camada depositada tinha uma aparência não uniforme, o que pode ser associado a um ataque diferenciado, apresentando cor preta no início e no final do teste mudava da cor preta para cor amarelo- vermelho. Os resultados obtidos tanto do microscópio ótico como do microscópio de varredura são apresentados nas figuras 186 e 187. Espectros EDS foram feitos para determinar os elementos que constituíam destas camadas, mostrando a presença de elementos



como O, Fe, C, Mn, S, Cl, com as mesmas características de aquelas apresentadas para as camadas formadas nos ensaios BTD e NACE.

Figura 186. Macros e Micrografias da camada de produtos de corrosão formada no ensaio de permeação de hidrogênio da junta X80-1 Solução 4, pH=4.4 e 10⁻⁴ mol de Tiossulfato.


Figura 187. Macros e Micrografias da camada de produtos de corrosão formada no ensaio de permeação de hidrogênio da junta X80-3 Solução 1, pH=3.4 e 10⁻³ mol de tiossulfato.

A figura 188 apresenta as EDS obtidas na interface área exposta ao ambiente corrosivo/área não exposta ao ambiente corrosivo, indicando a formação de óxido e composto de enxofre, uma vez determinadas a presença de O e S nos espectros 1 e 3.



Figura 188. Espectros EDS da interface área exposta à solução corrosiva / área não exposta à solução corrosiva, no ensaio de permeação de hidrogênio, Junta 4 Sol 1, pH = $3.4 \text{ e } 10^{-3} \text{ mol de Tiossulfato}$.