

11

Resultados (Parte 08)

Os efeitos do revenimento sobre as propriedades mecânicas do tubo curvado e correlações microestruturais serão considerados nesta seção.

11.1. Efeito sobre a tenacidade

Os valores de energia de impacto absorvida (Charpy a 0°C) dos corpos de prova da região curvada apresentaram médias elevadas e bem acima do valor mínimo de 68 J estipulado pela API 5L para corpos de prova transversais. O gráfico das médias das energias absorvidas a 0°C em função das temperaturas de revenido para a curva 2500 Hz pode ser visualizado na figura 98. Estes valores de energia absorvida indicam que não ocorre fragilidade ao revenido para esta faixa de temperaturas.

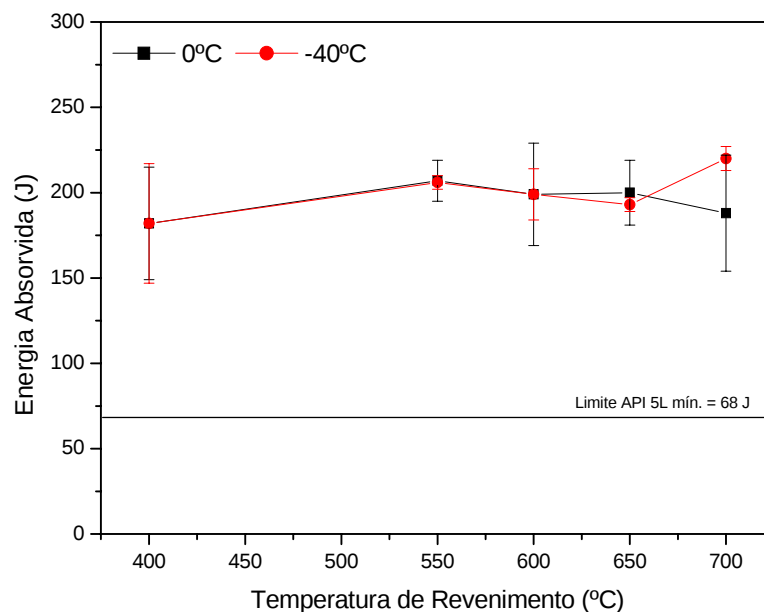
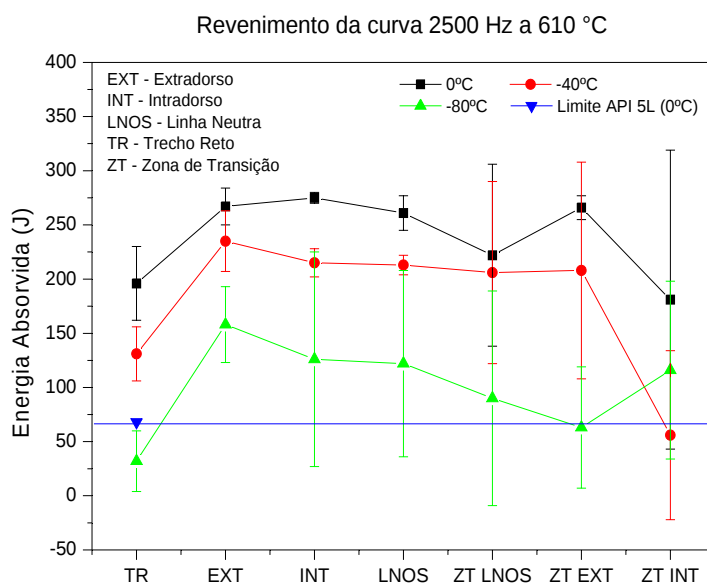
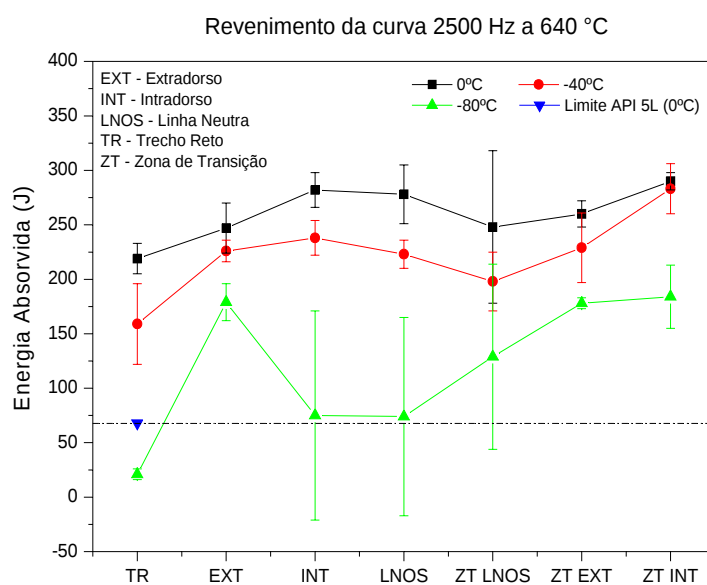


Figura 98 – Gráfico de energia de impacto Charpy para o trecho curvado a 2500 Hz (API X80 de Pcm = 0,17%), e revenido a diferentes temperaturas.

A distribuição de energia absorvida para os trechos curvados (2500 Hz) e revenidos a 610 e 640°C estão mostradas na figura 99.



(a)



(b)

Figura 99 – Distribuição de energia absorvida para trechos do tubo API X80 curvado a quente a 2500 Hz e revenido a 610 (a) e 640°C (b).

Para as regiões curvadas a 2500 Hz e revenida a 500°C, 600 e 650°C as energias absorvidas durante ensaio de impacto Charpy (0°C) ficaram acima do determinado pela norma API 5L.

Somente a região do metal de solda no trecho reto apresentou níveis reduzidos de energia absorvida a 0°C. Os corpos de prova da junta soldada no trecho reto tratados termicamente a 600 e 640°C e submetidos a ensaio de impacto Charpy a temperatura de 0°C apresentaram valores individuais abaixo e limítrofes ao mínimo API 5L normalizado para corpos de prova transversais (68 J). A média de energia Charpy absorvida para a junta soldada no trecho reto tratada a 640°C e 600°C foi de 65 ± 3 J e 37 ± 9 J, respectivamente.

A análise fractográfica (figura 100 (a)) revela o aspecto frágil da superfície de fratura e a figura 100 (b), obtida por microscopia eletrônica de varredura, mostra que uma possível causa para baixa absorção de energia pode está associada a presença de precipitação grosseira e alinhada nos contornos de grãos. Vale ressaltar que as regiões de junta soldada acumulam os efeitos de ciclos térmicos distintos, aquele durante a soldagem, curvamento a quente e tratamento térmico de revenimento.

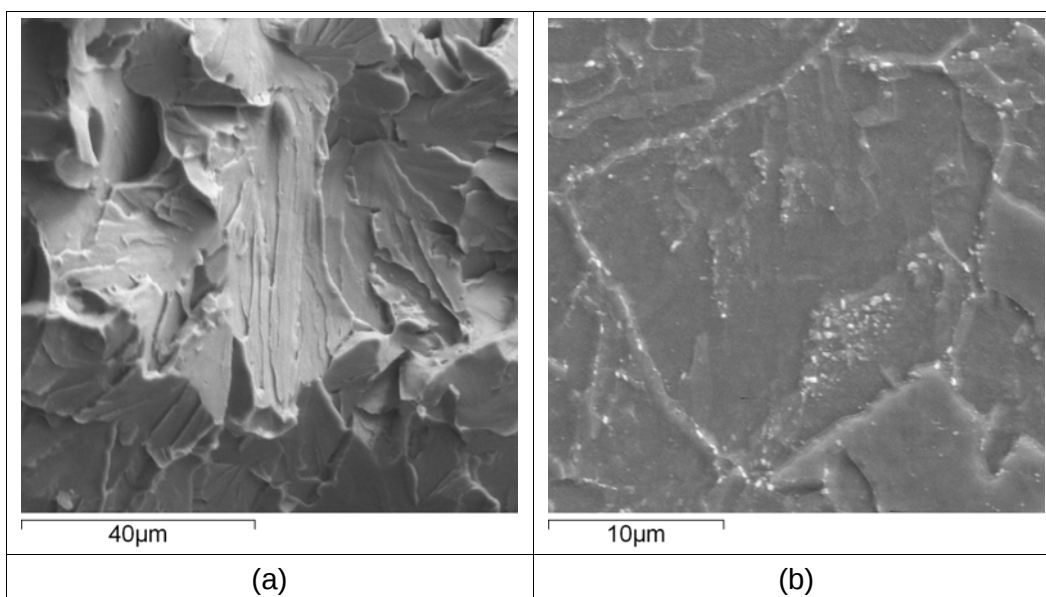


Figura 100 – (a) Fractografia e (b) aspectos microestruturais da região da zona de transição do intradorso 2500 Hz tratada a 610°C.

Similarmente, a curva 500 Hz, após aplicação de revenimento também apresentou energias absorvidas iguais ou superiores as energias absorvidas do material na condição de como curvado e superiores aos limites API 5L, tal como pode ser observado na figura 101.

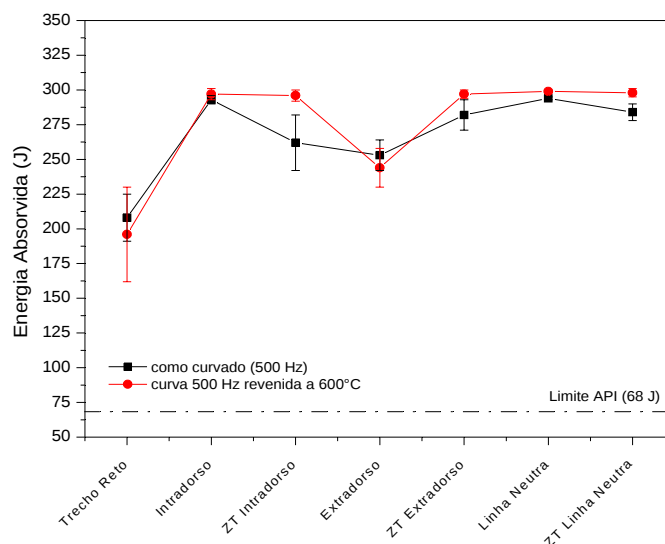


Figura 101 – Energias de impacto Charpy absorvidas a 0°C registradas para trechos da curva 500 Hz, como curvada e revenida a 600°C.

11.2. Efeito sobre a distribuição de microdurezas

De um modo geral, quanto maior for a temperatura e o tempo aplicado durante a operação de revenimento mais fortemente atuam os fenômenos que ocorrem durante o revenido, entre os quais aqueles que promovem amaciamento. Porém, aços que contêm elementos de liga que precipitam podem apresentar endurecimento secundário (se tratados a temperatura e tempo adequados). Este endurecimento é caracterizado por um pico de dureza na temperatura de ocorrência do fenômeno de precipitação. Em comparação com o material como recebido, em geral as durezas são menores mesmo com o endurecimento secundário. Os gráficos das figuras 102 e 103 apresentam os resultados de distribuição de microdurezas após revenimento a diferentes temperaturas (e intervalo de tempo fixo em 1 h) ao longo da espessura de parede de diferentes trechos da curva e zona de transição.

Observa-se que para o curvamento obtido a 500 Hz e 2500 Hz não há uma variação significativa na faixa de microdureza obtida, ficando para ambos os casos entre 270 e 180 HV.

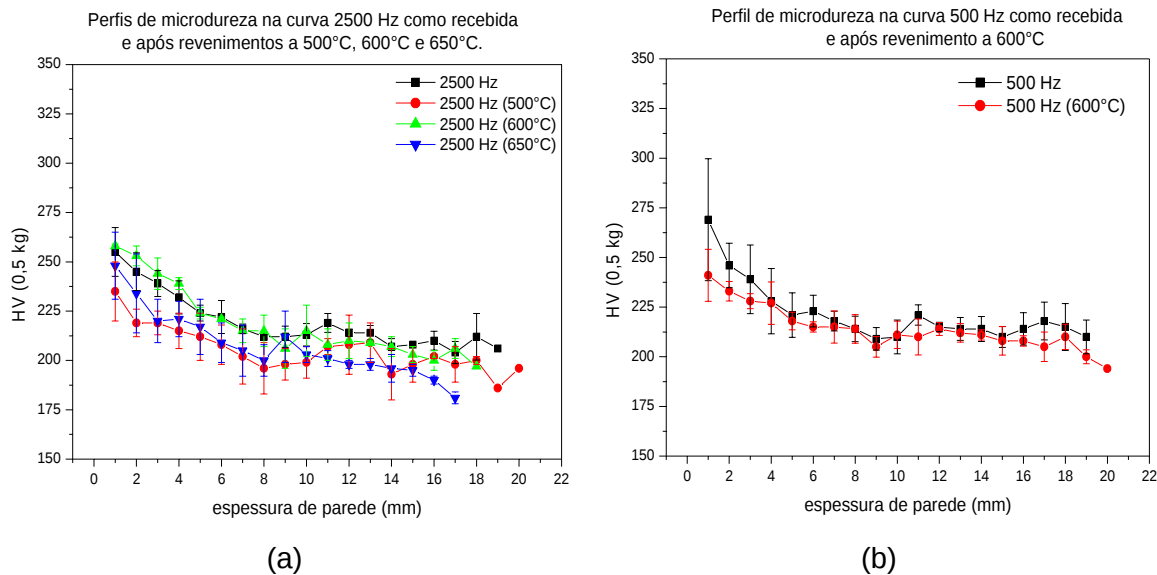


Figura 102 – Distribuição de microdureza após revenimento para as curvas (a) 2500 Hz e (b) 500 Hz.

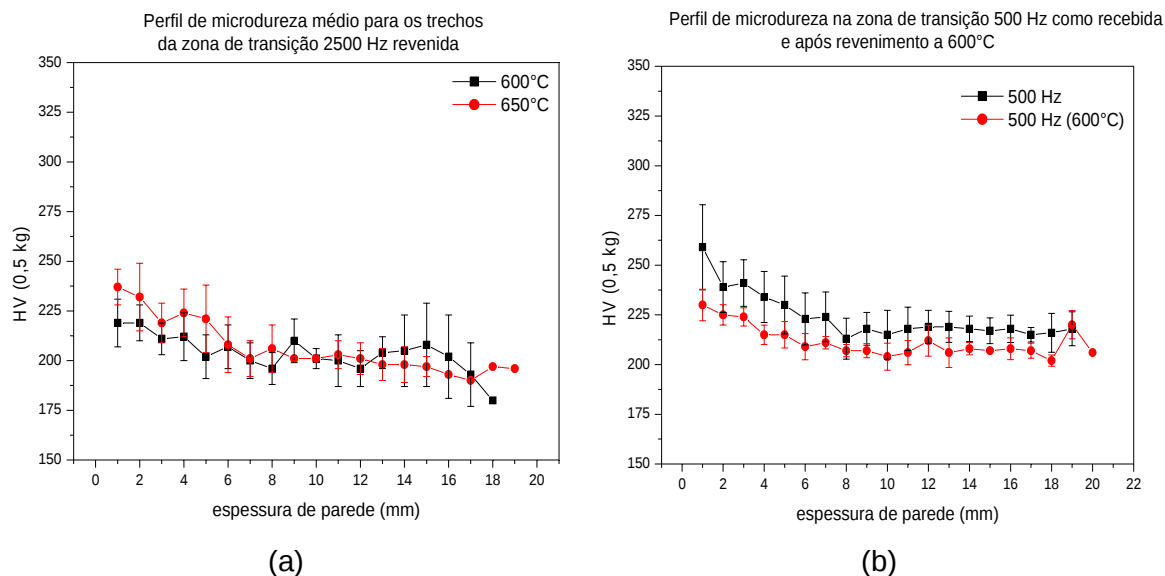


Figura 103 – Distribuição de microdureza após revenimento para as zonas de transição (a) 2500 Hz e (b) 500 Hz.

11.3.**Efeito dos revenimentos sobre as propriedades mecânicas em tração**

O efeito dos tratamentos térmicos de revenimento a 600°C e 650°C aplicados ao trecho reto do tubo curvado a 2500 Hz, mostrou que a melhor resposta em termos de limite de escoamento foi para o tratamento térmico de 600°C, como observado na figura 104a, os valores de limite de escoamento ficaram dentro da mesma faixa de valores obtidos para o trecho reto na condição de como recebido. No entanto, o limite de resistência apresenta uma redução ficando inferior ao limite de resistência do tubo na condição de como recebido. Estes resultados indicam que os mecanismos de precipitação a 600°C favoreceram a obtenção de valores de limites de escoamento limítrofes ou superiores aqueles determinados em norma (API 5L). A 650°C esta precipitação coalesce e os valores de limite de escoamento são inferiores. A queda no limite de resistência é sempre proporcional aquela de limite de escoamento, deste modo para o tratamento a 650°C a queda no limite de resistência foi maior.

As figuras 105 e 106 mostram as distribuições dos valores de limites de escoamento e resistência para a curva 2500Hz e juntas soldadas SAW (105a,b) submetidas a revenimento posterior a $600 \pm 10^\circ\text{C}$ e $640 \pm 10^\circ\text{C}$.

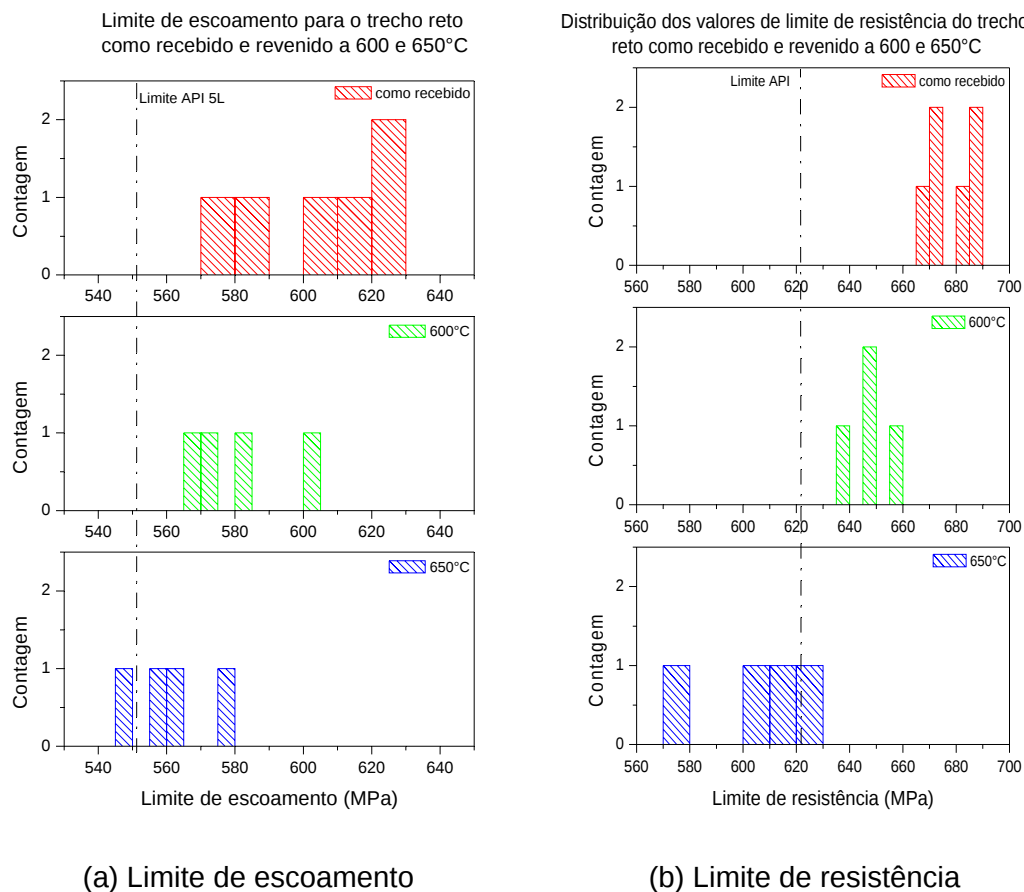
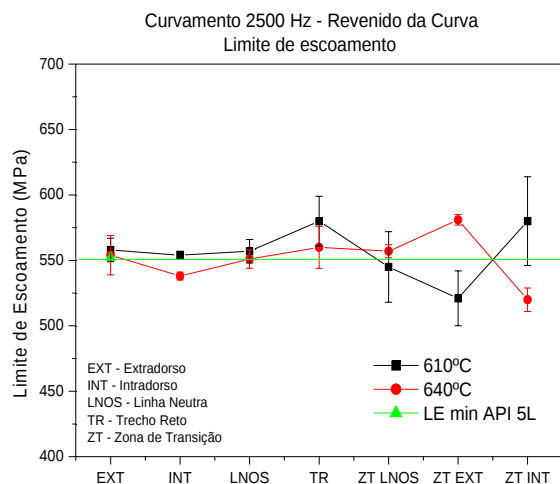
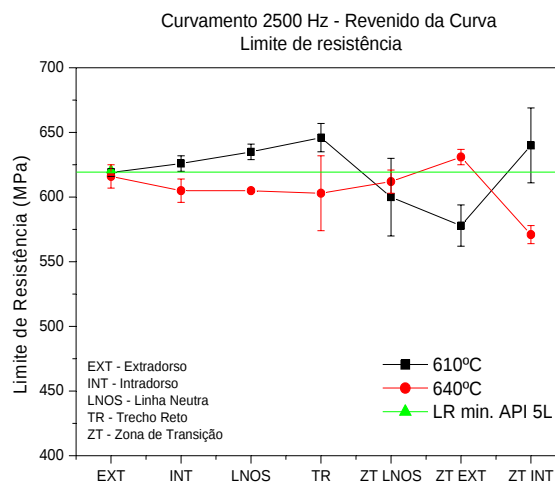


Figura 104 – Distribuição dos valores individuais de limites de escoamento e resistência observados para o trecho reto.

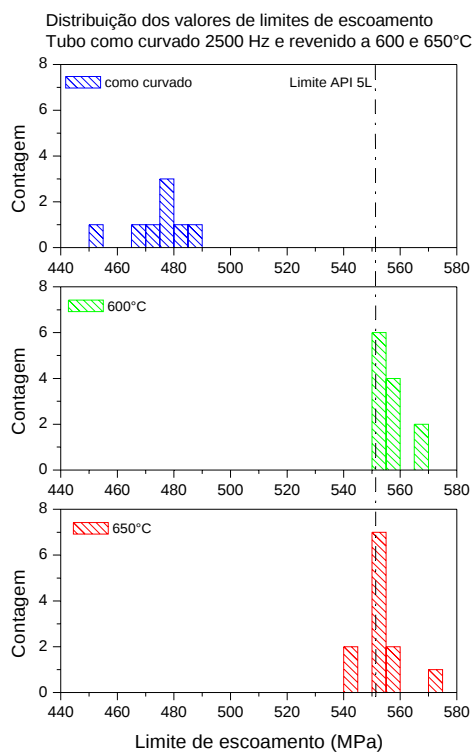
As curvas (a) e (b), figura 105, mostram que independente da temperatura de revenimento aplicada as regiões de transição apresentaram o maior espalhamento, o mesmo ocorre para a região do intradorso, embora neste caso o espalhamento seja menor. De um modo geral o tratamento térmico a 600°C e a 650°C foi eficiente para aumentar o limite de escoamento da região curvada, como mostrado na figura 105(c). Esta eficiência, no entanto, não se reflete no limite de resistência como mostrado na figura 105(d), sendo apenas limítrofe para o revenimento a 600°C.



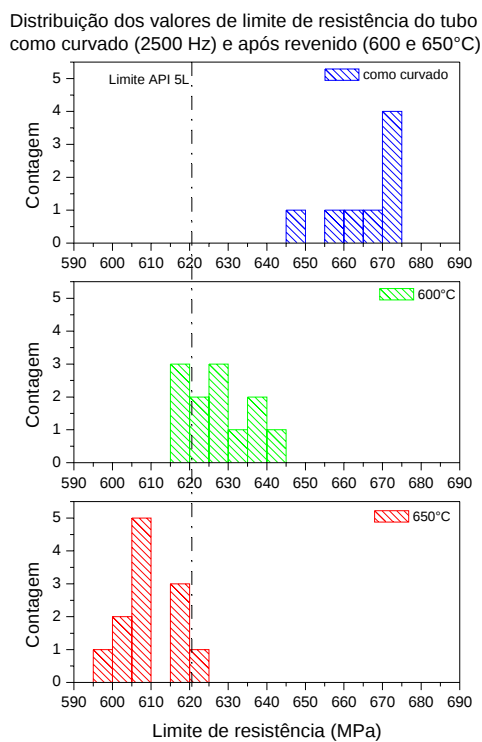
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 105 – Perfis de limites de escoamento (a) e resistência (b) dos trechos que compõem a curva 2500 Hz e comparação entre os valores individuais de limites de escoamento e resistência em função dos revenimentos aplicados (c, d).

O efeito dos tratamentos térmicos sobre a região da junta soldada longitudinal do trecho reto, região curvada e adjacências (zona de transição) está apresentado na figura 106. Os melhores resultados são observados para o tratamento a 600°C.

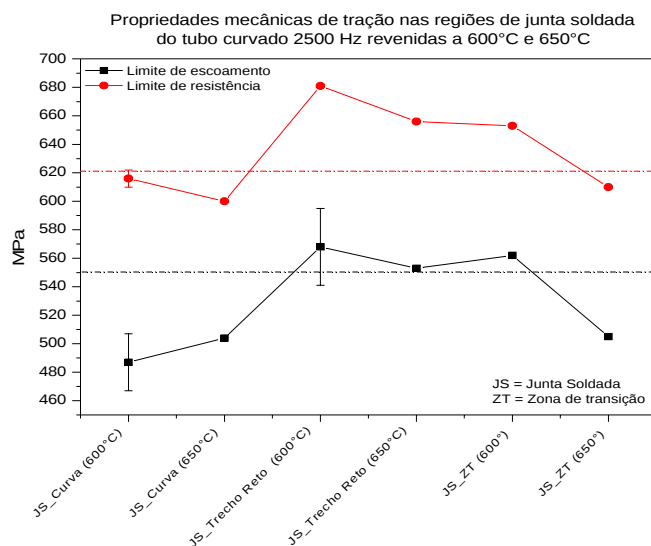
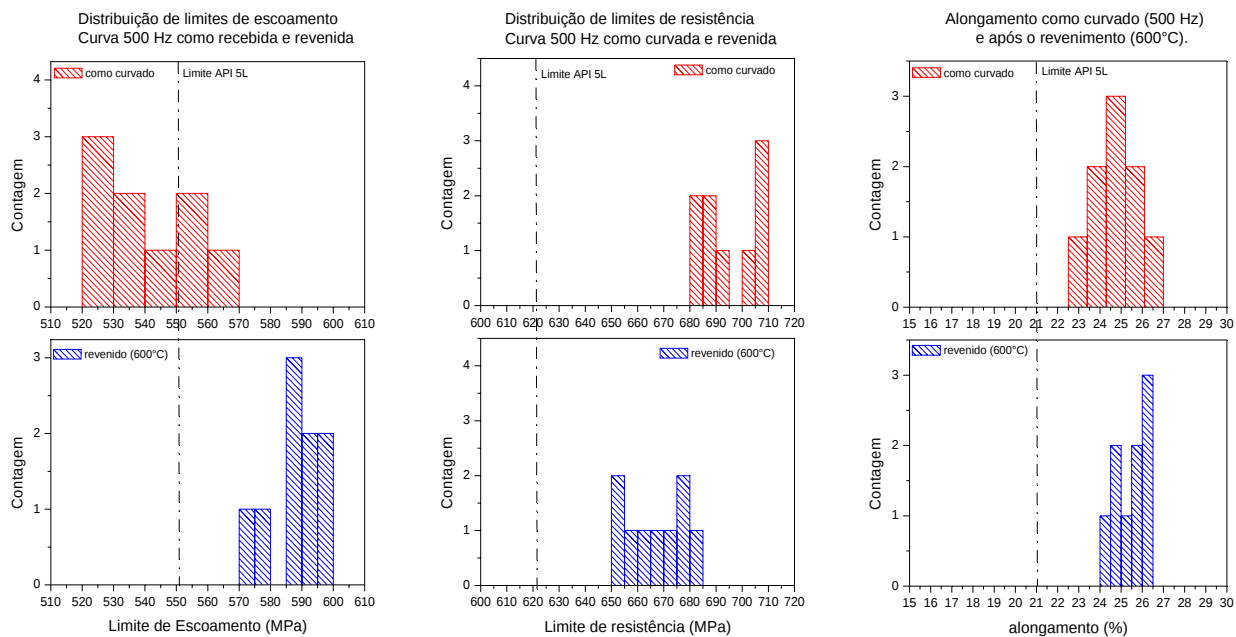


Figura 106 – Propriedades em tração na solda longitudinal presente na curva 2500 Hz, zona de transição e trecho reto submetidas a revenido a 600 e 650°C.

Os gráficos da figura 107 exibem os valores de propriedades mecânicas de tração do tubo como curvado a 500 Hz e submetido a revenimento posterior a 600°C durante 1 h (em laboratório). O limite de escoamento aumenta e o limite de resistência reduz após tratamento térmico de revenido. Esta característica é melhor observada na figura 108 para ambos os curvamentos (2500 Hz e 500 Hz).

A queda do limite de resistência, após a aplicação de tratamentos térmicos de alívio de tensão e revenimento, está associada com as alterações que ocorrem nas soluções sólidas super saturadas, como aquelas encontradas em microestruturas martensíticas, e recristalização que conduzem a queda de dureza [12]. A propriedade de dureza está diretamente relacionada ao limite de resistência, assim é de se esperar que quedas nos níveis de dureza conduzam a alguma redução de limite de resistência.

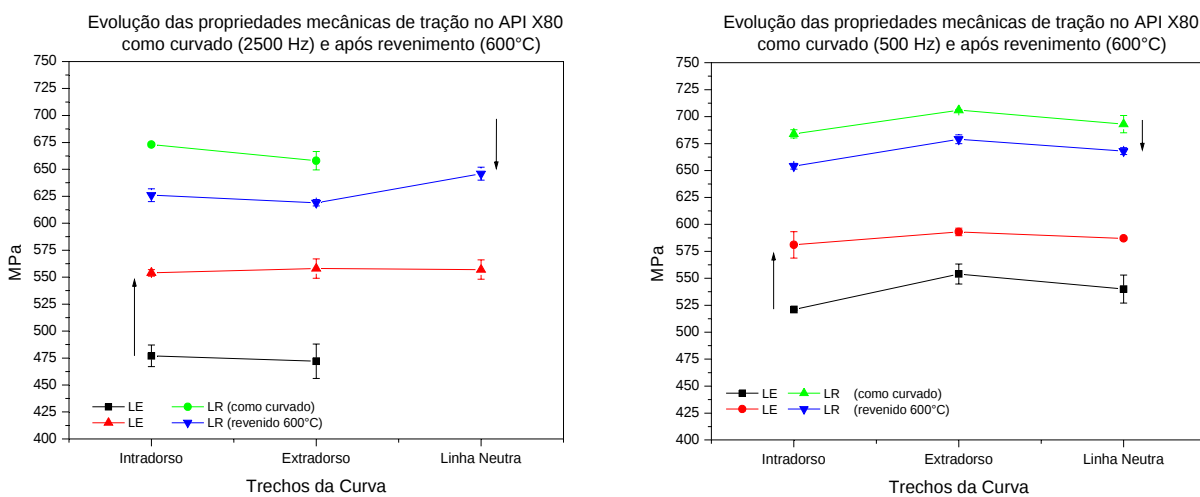


(a) Limite de escoamento

(b) Limite de resistência

(c) Alongamento

Figura 107 – Distribuição dos valores individuais de limites de escoamento (a) e resistência (b) e alongamento (c) observados para os trechos que compõem a curva 500 Hz (extradorso, intradorso e linha neutra) antes e após revenimento a 600°C.



(a) Curva 2500 Hz

(b) Curva 500 Hz

Figura 108 – Evolução das propriedades mecânicas em tração para as curvas 2500 e 500 Hz antes e após o revenimento a 600°C.

A evolução das propriedades mecânicas de tração em função dos parâmetros de curvamento e temperatura de revenimento posterior pode ser observada na figura 109.

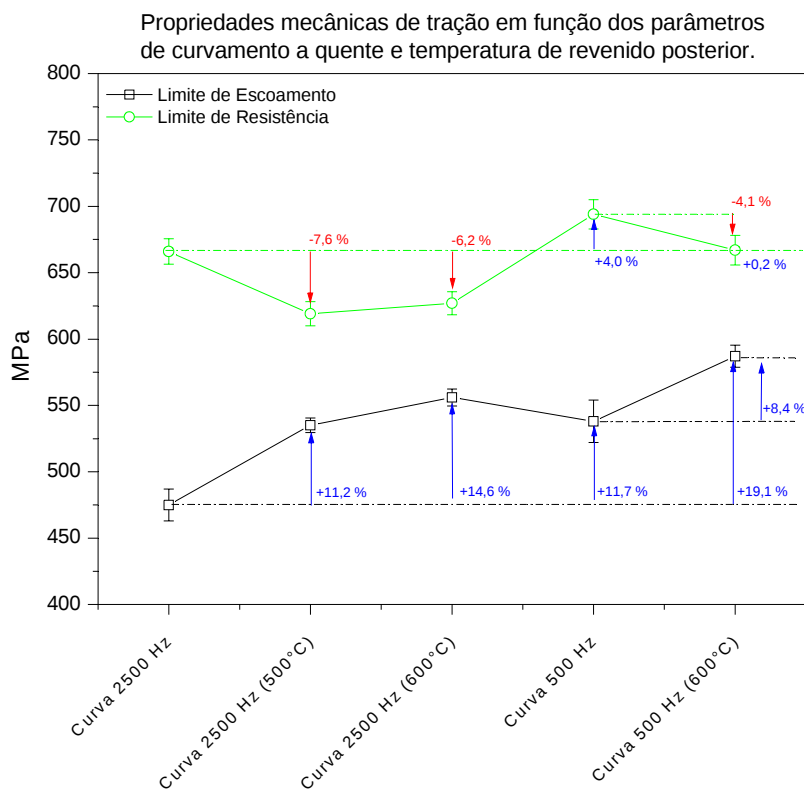


Figura 109 – Evolução percentual das propriedades mecânicas em tração da curva 2500 Hz após revenimento (500 e 650°C) e após alterações dos parâmetros de curvamento (500 Hz).

O tratamento térmico de revenimento a 600°C é eficiente para aumentar o limite de escoamento independentemente da frequência de curvamento. Para o curvamento a 500 Hz o ganho em limite de escoamento foi menor após revenimento (600°C). No entanto, o limite de escoamento para a curva a 500 Hz é aproximadamente 12% maior do que aquele obtido a 2500 Hz.

11.4. **Efeitos do ciclo térmico**

11.4.1. **Auto revenimento**

Durante o curvamento, a parte mais externa da espessura de parede na curva é exposta a temperaturas da ordem de 1050°C, quando aquecida por resistência a passagem das correntes induzidas. As partes centro-externas da espessura, da curva 2500 Hz, aquecem por condução de calor exibindo um gradiente crescente na direção da superfície externa (sentido oposto ao fluxo de calor de acordo com a equação de Fourier $q = -k \cdot ((2\pi rL) \cdot dT/dr)$), porém após o resfriamento em água da superfície externa o sentido de gradiente térmico e fluxo de calor se inverte, crescendo em direção a região interna da espessura (que é resfriada lentamente ao ar calmo). Na hipótese do fluxo de calor ocorrer das camadas central e interna para a externa, por condução durante a etapa de resfriamento, isto favoreceria a ocorrência de uma espécie de pré-revenido da microestrutura formada na superfície externa.

Na direção centro-interna da espessura de parede do tubo na região curvada o percentual de ferrita primária é crescente. A formação da ferrita proeutetóide corresponde a reações de altas temperaturas e ocorrem preferencialmente em direção as partes internas da espessura de parede da curva, que são submetidas a resfriamento em ar calmo. Na parte externa da espessura de parede, na curva, as transformações de fase da austenita para martensita e bainita ocorrem em temperaturas mais elevadas, devido ao baixo percentual de carbono do aço, favorecendo o auto revenido.

A figura 110(a) e (b) exibem algumas evidências de que a microestrutura da parte externa da curva possa ter sofrido este tipo de fenômeno associado as transformações de fases que ocorrem a temperaturas mais elevadas devido ao baixo percentual de carbono do API X80. As figuras 110 (c) e (d) mostram o trecho reto submetido a tratamento térmico laboratorial de têmpera em água, a partir de 1000°C, com e sem revenido (600°C) posterior. Observa-se que o aspecto microestrutural da parte externa da espessura da curva resfriada em água, figura 110(a), apresenta diferenças quando comparado com o mesmo aço submetido têmpera laboratorial em água.

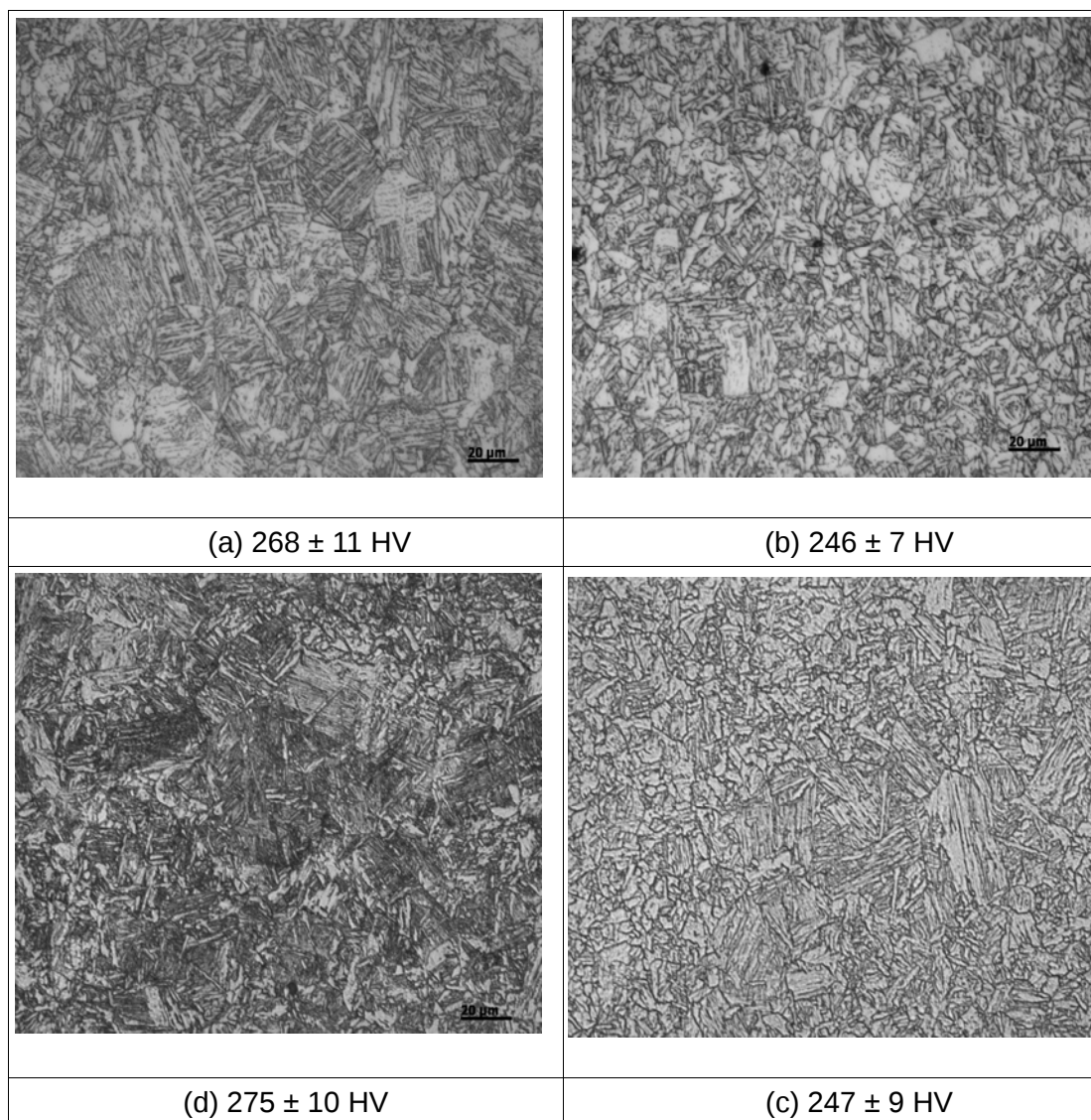


Figura 110 – Possibilidade de auto-revenido na parte externa da espessura de parede na curva. Aço API X80 de $P_{cm} = 0,17\%$. (a) Intradorso (1 mm), (b) Intradorso (3 mm), (c) Aço API X80 temperado e revenido e (d) Aço API X80 temperado.

A três milímetros da superfície externa da curva, figura 110(b), observa-se que os níveis de microdureza se nivelam com a média obtida pelo material na condição de revenido e que o aspecto microestrutural do intradorso é similar ao do mesmo aço API X80 quando submetido a têmpera e revenido a 600°C por 1 h (laboratorial), figura 110(d). A superfície mais externa da curva (1 mm), região mais afetada pelo resfriamento rápido em água, exibe um valor médio de microdureza 2,5% inferior ao valor exibido pelo mesmo aço (API X80) temperado em laboratório. Esta diferença pode ser um indicativo da ocorrência de auto revenimento durante esta etapa de resfriamento do curvamento a quente.

11.4.2. Na região curvada

A microestrutura da parte externa da espessura de parede na curva 2500 Hz (intradorso), pode ser observada antes e após revenimento industrial a 600 e 650°C na figura 111. Na curva revenida observa-se o desenvolvimento da recristalização, de acordo como a figura 111(c), (d) (e) e (f). A maior incidência de precipitação após revenimento pode ser visualizada na figura 112.

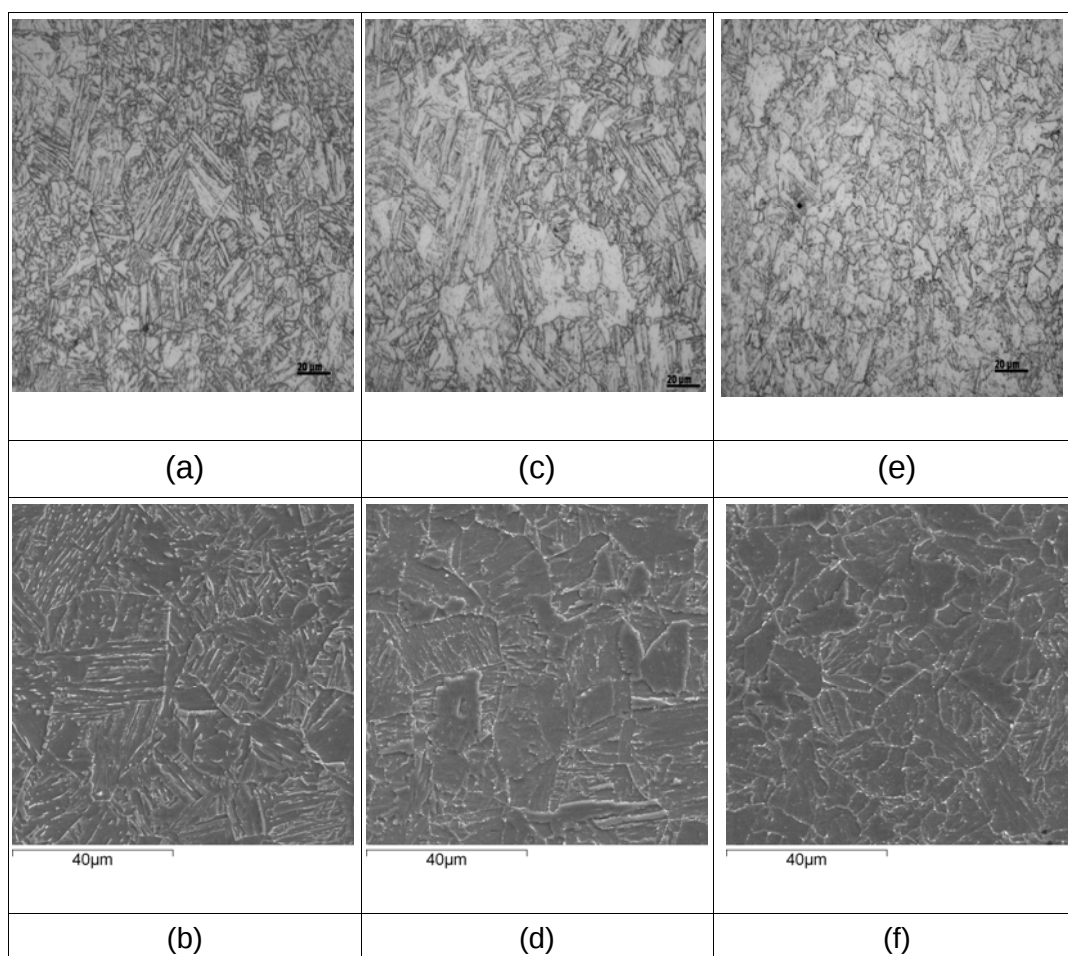


Figura 111 – Aspectos microestruturais obtidos pelo revenido na região externa da espessura de parede no intradorso do tubo de aço API X80 ($P_{cm} = 0,17\%$). Nital 2%, MO e MEV. (a) e (b) Como Curvado, (c) e (d) Revenido a 600°C, (e) e (f) Revenido a 650°C.

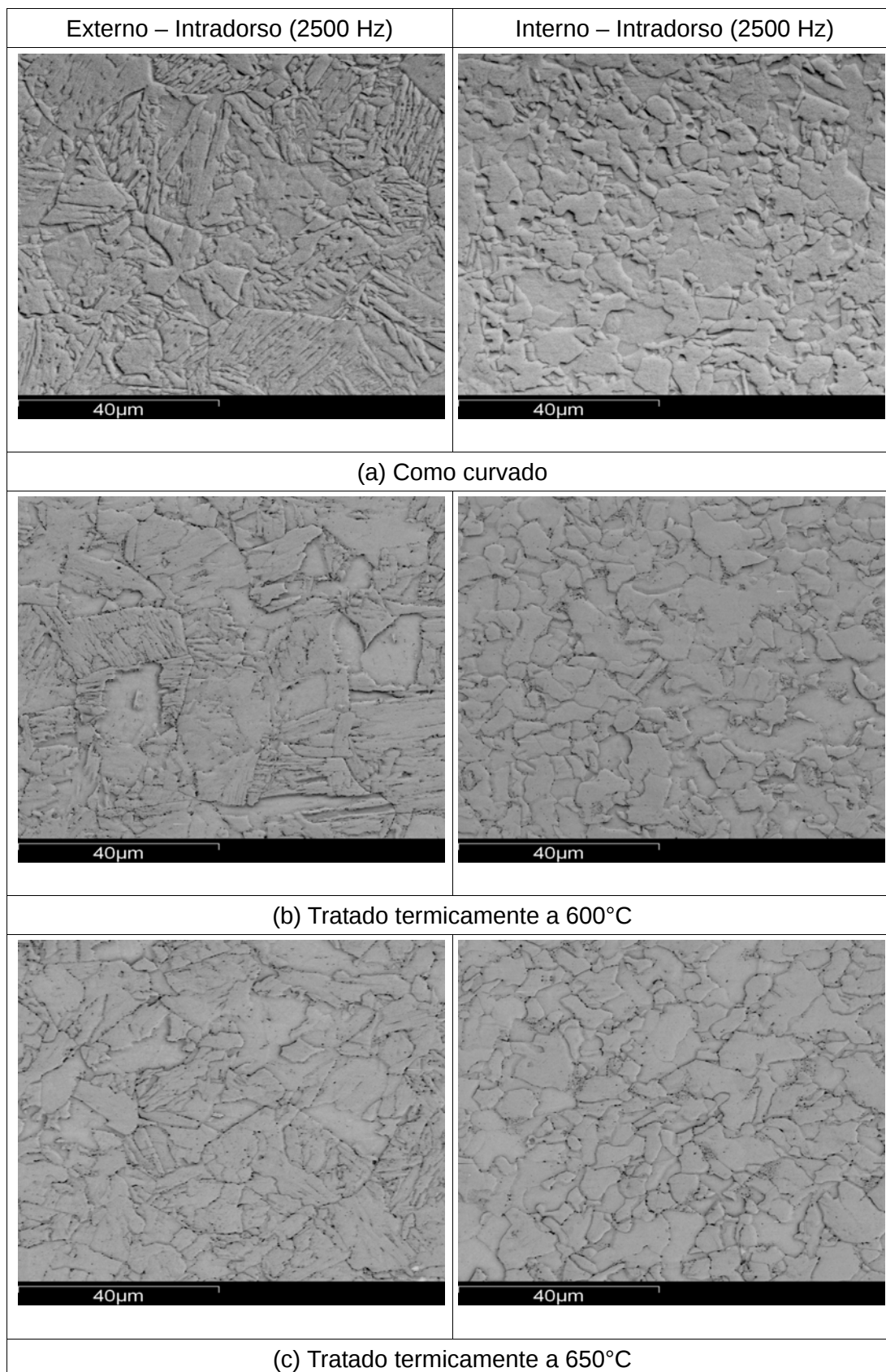


Figura 112 – Região curvada a 2500 Hz, tratada a 600 e 650°C em comparação com o mesmo trecho (Intradorso) como curvado. Imagens invertidas (onde os precipitados são as partículas pretas), ataque Nital 2%, MEV.

Aparentemente a distribuição de precipitados é mais homogênea na parte externa da espessura de parede na curva tratada termicamente (contornos de grãos e subgrãos). Na parte interna da espessura de parede na curva a precipitação se concentra principalmente nos contornos de grãos. A quantidade de partículas de precipitados observadas nas imagens do estado como curvado (figura 112a) parece ser inferior a quantidade que pode ser visualizada no estado como revenido (figura 112b,c). A figura 113 exibe a precipitação presente nos contornos de subgrãos de baixo ângulo e faixa de precipitação mais refinada no interior dos grãos interagindo com discordâncias.

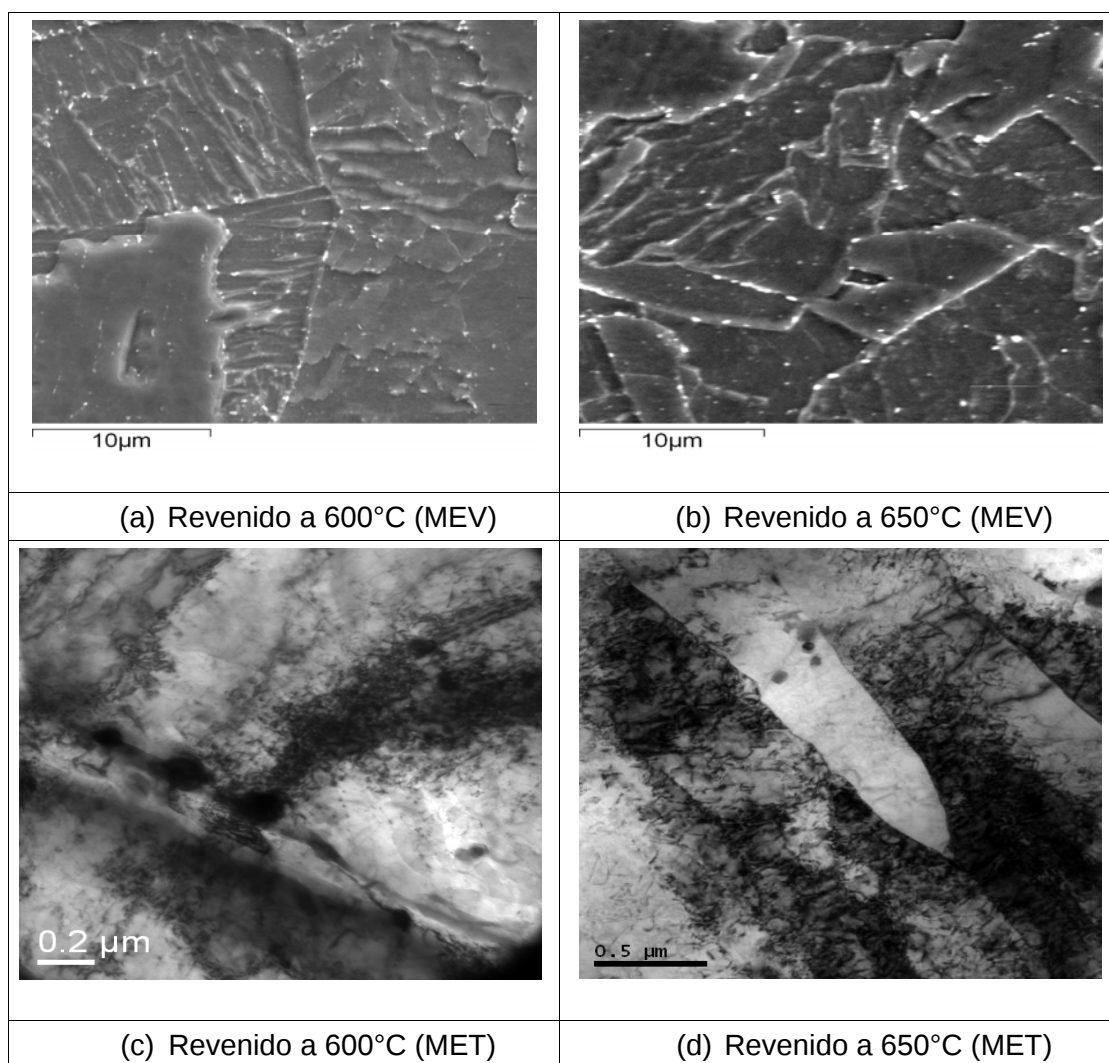


Figura 113 - Precipitação presente na curva 2500 Hz, do tubo API X80 de $P_{cm} = 0,17\%$, tratado a 600 e 650°C. MEV e MET (campo claro). As imagens de transmissão revelam que precipitação fina se forma no interior dos grãos interagindo com bandas de deformação e discordâncias (loais preferenciais).

A precipitação que ocorre durante estes tratamentos térmicos favorece o limite de escoamento por servirem de barreiras efetivas ao movimento das discordâncias.

11.5.

Revenimento a 500°C após curvamento a 2500 Hz

A rota de processamento da operação de curvamento a quente considera o alívio de tensões internas do tubo curvado. Tradicionalmente após a obtenção da curva é aplicado um tratamento térmico com temperatura de patamar de encharque igual a 500°C durante 1 hora e seguido de resfriamento em ar calmo. Para um aço API X80 com carbono equivalente IIW de 0,42% ($P_{cm} = 0,18\%$), estudado por Batista, G. Z. [44], a aplicação do revenimento tradicionalmente realizado a 500°C durante 1h foi suficiente para elevar o limite de escoamento da curva acima dos limites mínimos da norma API5L, porém com relatos de ligeira queda nos valores de limites de resistência para o trecho curvado, não sendo possível o restabelecimento das propriedades mecânicas do tubo original. Foi observado que estes parâmetros de revenimento atingiam resultados insuficientes na recuperação do limite de escoamento, conforme requisitos API 5L, para tubos com carbono equivalente P_{cm} abaixo de 0,18%. O gráfico da figura 114 [07 e 10] mostra que as propriedades de mecânicas em tração após o tratamento térmico a 500°C atingiram valores limítrofes a norma API 5L.

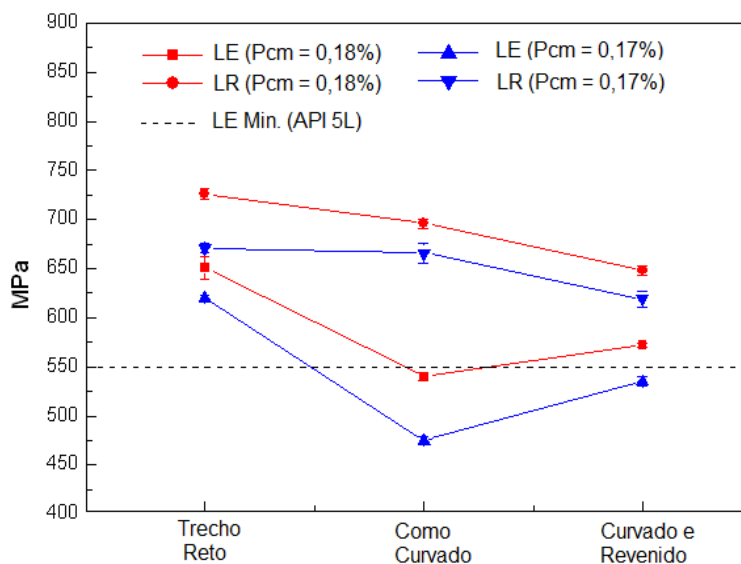


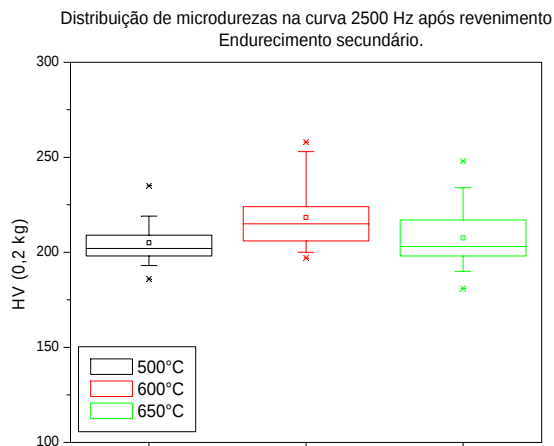
Figura 114 – Variações das propriedades mecânicas em tração na curva de tubos de aço API X80, com diferentes valores de carbono equivalente, em função do tratamento térmico tradicional aplicado posteriormente ao curvamento a quente [07, 10 e 44].

11.6.

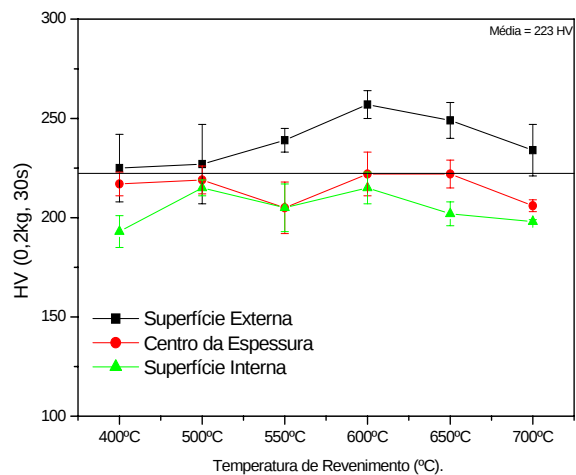
Endurecimento secundário

Os tratamentos térmicos de revenimento aplicados após curvamento a 2500 Hz, tanto a nível industrial como laboratorial com patamar de temperatura de encharque na faixa de 600 a 650°C durante 1 hora, apresentaram excelente recuperação nos valores de limite de escoamento, em comparação com os valores exibidos pelo trecho como curvado, porém exibindo quedas nos valores de limite de resistência, para o tubo com carbono equivalente $P_{cm} = 0,17\%$. Os valores atingidos após estes tratamentos térmicos oscilaram em torno do valor mínimo determinado pela norma API 5L.

A parte externa da espessura de parede na curva, que sofreu resfriamento a água, apresentou endurecimento secundário entre 600 e 650°C. Este efeito pode ser observado na figura 115, onde é mostrada a distribuição de microdurezas médias para a curva ao longo da espessura de parede. Os resultados obtidos em ensaios de tração (figura 116) mostram o aumento do limite de escoamento para a mesma faixa de temperatura de endurecimento secundário 600 – 650°C, onde os valores exibidos apresentam a média dos valores individuais dos trechos que compõem a curva (extradorso, intradorso e linha neutra). O provável mecanismo que permite o aumento do limite de escoamento, entre 600 e 650°C, associado ao aumento de microdureza é a ocorrência de precipitação que impede o movimento das discordâncias. Esta precipitação foi inicialmente pensada ser devido a presença de vanádio. Para comprovar isso foi realizado o mesmo tratamento térmico em uma chapa de aço API X80 de composição química similar, porém sem vanádio, na condição de laminado. A figura 117 exhibe os resultados obtidos para os limites de escoamento e resistência. Para a mesma faixa de temperatura (600 a 650°C) se observa aumento do limite de escoamento.



(a)



(b)

Figura 115 – (a) distribuição de valores de microdureza em função das temperaturas de revenimento e (b) Perfil de microdureza em função das temperaturas de revenimento e espessura de parede do tubo.

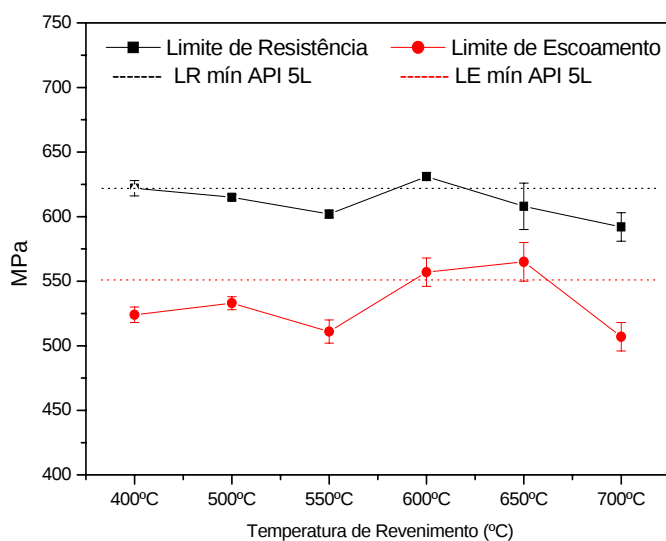


Figura 116 – Propriedades mecânicas em tração da curva 2500 Hz, do tubo de Pcm = 0,17%, apresentando endurecimento secundário na faixa de temperatura de revenido entre 600 e 650°C.

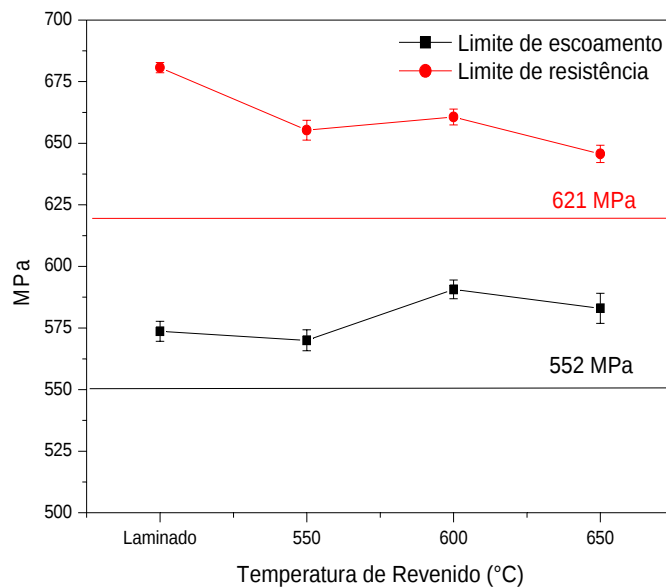


Figura 117 – Endurecimento secundário em chapa de aço ARBL (API X80), sem adição de vanádio.

Estes resultados confirmam os resultados de otimização do limite de escoamento obtidos pelo API X80 (sistema Nb-Cr-Mo-V) aplicado neste estudo quando da aplicação de revenimento na faixa de temperaturas entre 600 e 650°C.

11.7. Influência do tempo de revenimento

Foram realizados testes variando o tempo de permanência (30 a 120 min) nas temperaturas de interesse (600, 625 e 650°C), sendo observado, para estas condições, picos de dureza alargados como o referenciado por Gündüs, S. et al [28].

Os gráficos da figura 118 mostram as distribuições de microdureza ao longo da espessura de parede para o trecho reto e trechos da curva 2500 Hz, após variações de tempo e temperatura de revenimento.

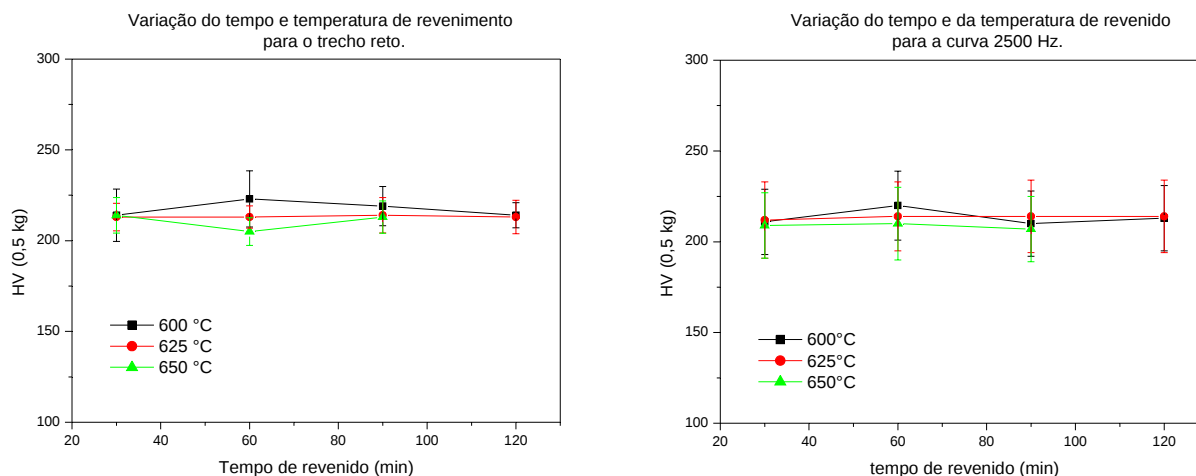


Figura 118 – Variação do tempo de revenido aplicado ao aço API X80 de $P_{cm} = 0,17\%$. Média de microdureza na espessura em função da temperatura e tempo de revenido.

A figura 118 sumariza os resultados obtidos, mostrando que para a temperatura de patamar de revenimento de 600°C o tempo de encharque de 1 h, aparenta ser o mais indicado, apresentando maior valor médio de microdureza.

11.8.

Caracterização dos precipitados por dissolução ácida da matriz.

A contribuição da aplicação da técnica de dissolução ácida e EDS dos resíduos visou caracterizar (através da identificação dos elementos químicos) os precipitados formados em distintas posições da espessura de parede na curva (pois há variação na taxa de resfriamento, o que interfere na precipitação) e comparações com a precipitação presente no trecho reto. O material do trecho reto foi analisado antes e após tratamentos térmicos de revenimento.

A dissolução ácida de amostras de aço API X80 removidas da espessura externa e interna de parede do extradorso (curva 2500 Hz) revenido a 600°C e amostras do trecho reto como recebido e após revenido (600°C), confirmaram os resultados de EDS obtidos por Lu e Ivey [34], que analisaram o resíduo da dissolução ácida da matriz de aço API X100, de acordo com a figura 119.

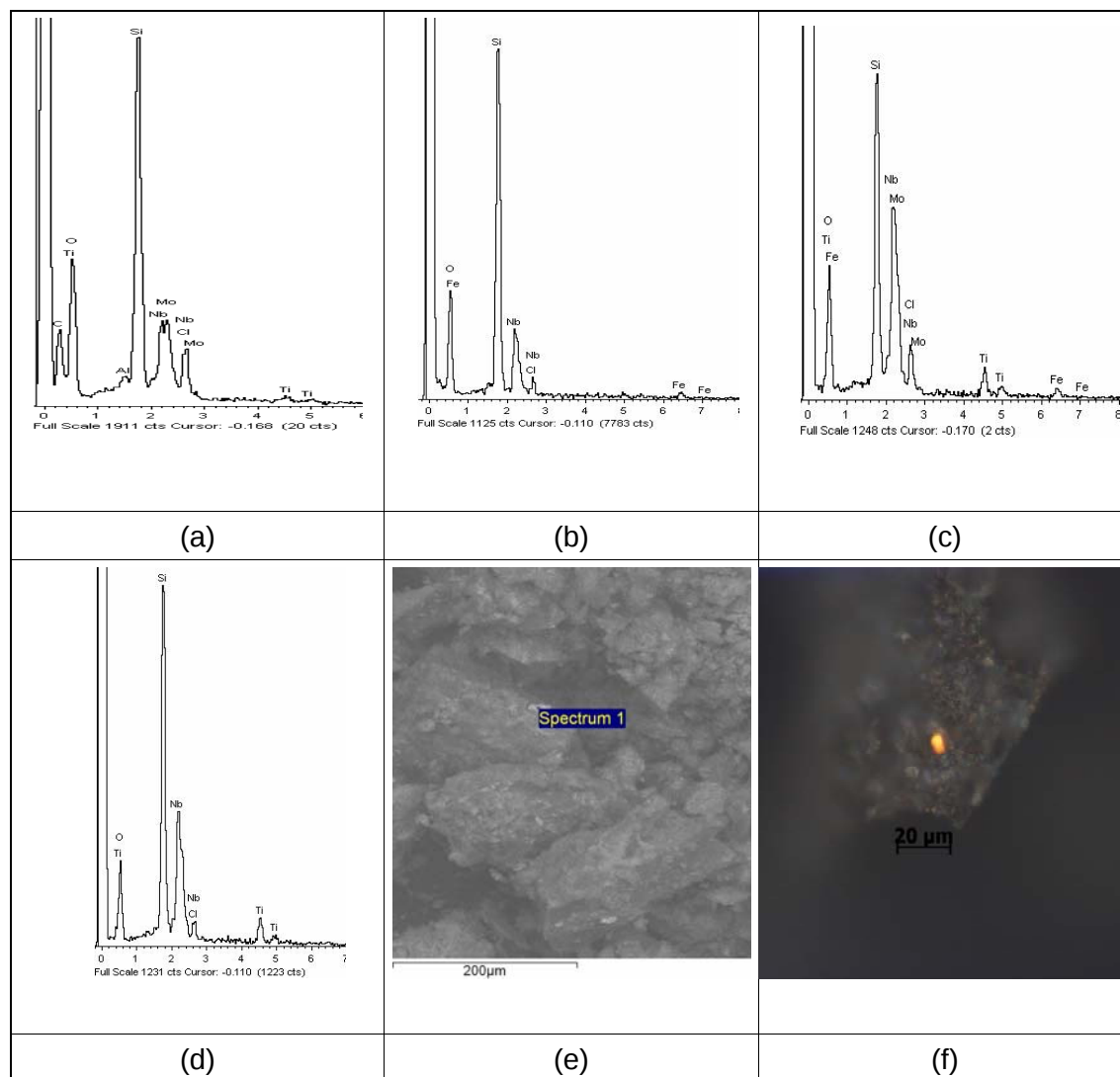


Figura 119 – EDS dos resíduos obtidos por dissolução ácida da matriz do aço API X80, revelando Mo, Nb, Ti e Si. (a) EDS – Resíduo da parte externa da espessura de parede na região do extradorso, (b) EDS – Resíduo da parte interna da espessura de parede na região do extradorso, (c) EDS – Resíduo trecho reto como recebido (Spectrum 1), (d) EDS – Resíduo trecho reto tratado termicamente a 600°C, (e) Resíduo trecho reto como recebido em microscopia eletrônica de varredura revelando que as regiões ricas em elementos microligantes refletem mais elétrons (claras) e (f) Microscopia óptica do resíduo obtido do trecho reto como recebido mostrando a presença dos precipitados grosseiros de Nb e Ti (coloração alaranjada).

No geral, o percentual de massa de resíduo, produto da dissolução ácida da matriz do API X80, de diferentes regiões do tubo curvado com e sem revenido, variou entre 2 e 4% da massa total de aço dissolvida.

Muito embora não tenham sido detectados precipitados de vanádio, pois estes para serem efetivos no endurecimento, devem ter menos de 5 nm, é possível que estes tenham sido dissolvidos pela solução utilizada ou que a fração volumétrica do mesmo não tenha sido suficiente para ser detectada.

A figura 120, mostra por microscopia eletrônica de transmissão, a precipitação presente na parte externa da espessura de parede no intradorso 2500 Hz tratado termicamente a 650°C.

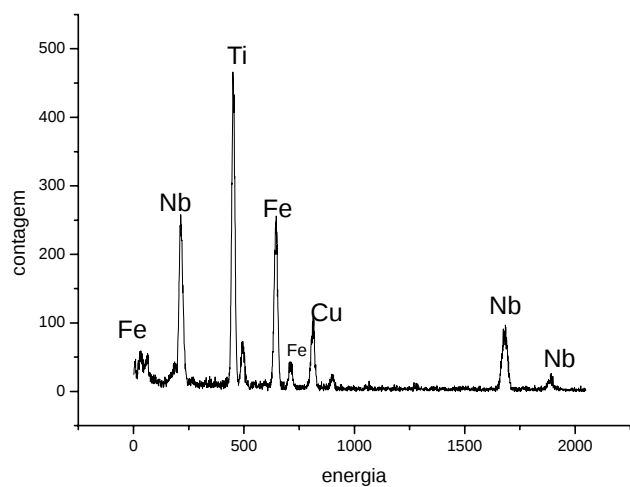
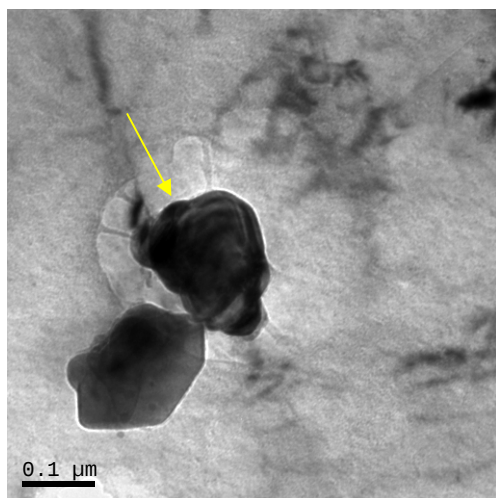
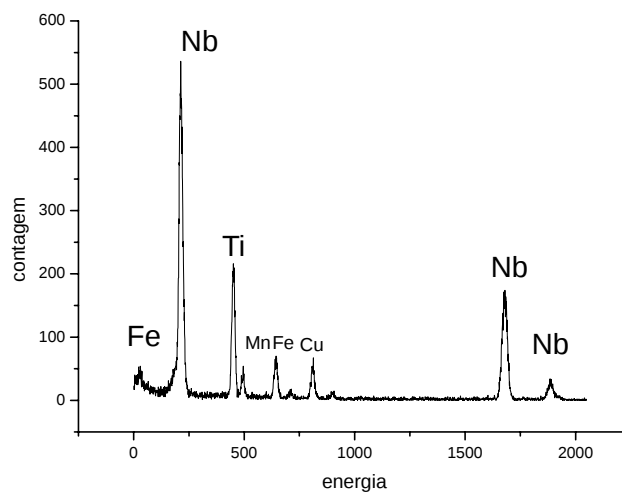
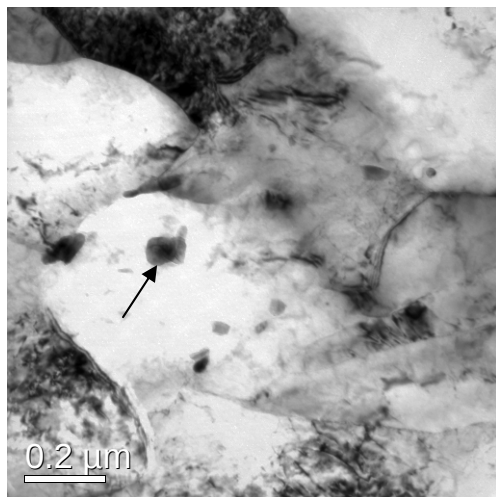


Figura 120 – Precipitação de Nb e Ti presente na parte externa da espessura de parede no intradorso 2500 Hz tratado termicamente a 650°C. Microscopia eletrônica de transmissão (campo claro e EDS)