

3 Material e Procedimento Experimental

3.1 Composição Química e Geometria dos Elos de Amarras

O material adotado neste trabalho foi um aço estrutural de alta resistência e baixa liga, especificado pela API-2F[1] como aço tipo ORQ e usado na fabricação de elos de amarras para sistemas de ancoragem de estruturas flutuantes do tipo *offshore* [3,23].

É mostrado na Tabela 3.1 as composições químicas características do aço estrutural tipo ORQ, analisadas dos elos com e sem corrosão, de acordo com a análise química obtida pelo INT (Instituto Nacional de Tecnologia) e ICPOES (Laboratório de Espectrometria de Emissão Atômica) e as composições químicas requisitadas pela especificação API-2F[1].

TABELA 3.1- Composição química média (%) do aço estrutural tipo ORQ dos elos com e sem corrosão e valores mínimos segundo a especificação da API-2F.

	C	Mo	Ni	Mn	Cr	Si	Al	P	S
Elo sem corrosão	0,311	<0,007	0,010	1,6	0,035	0,21	<0,010	0,027	0,011
Elo com corrosão	0,319	<0,007	0,061	1,5	0,083	0,21	0,018	0,011	0,006
Valores mínimos para API-2F	0,33	0,08	0,40	1,9	0,25	0,20	0,065	0,04	0,04

Na fabricação dos elos, barras de seção circular de uma mesma corrida e com diâmetro nominal de 76mm são aquecidas na temperatura de 890°C e conformadas na geometria típica de elos de amarras[2,23,24]. Em seguida, o elo

sofreu soldagem de topo por centelhamento, alcançando temperaturas máximas de até 1400°C, no intuito de promover o caldeamento de suas superfícies transversais livres. É apresentado nas Figuras 3.1 e 3.2 a geometria típica de elos sem malhete e com malhete para aplicações em sistemas de ancoragem de unidades *offshore*. No estudo desenvolvido, foram utilizados elos tipo ORQ com malhete.

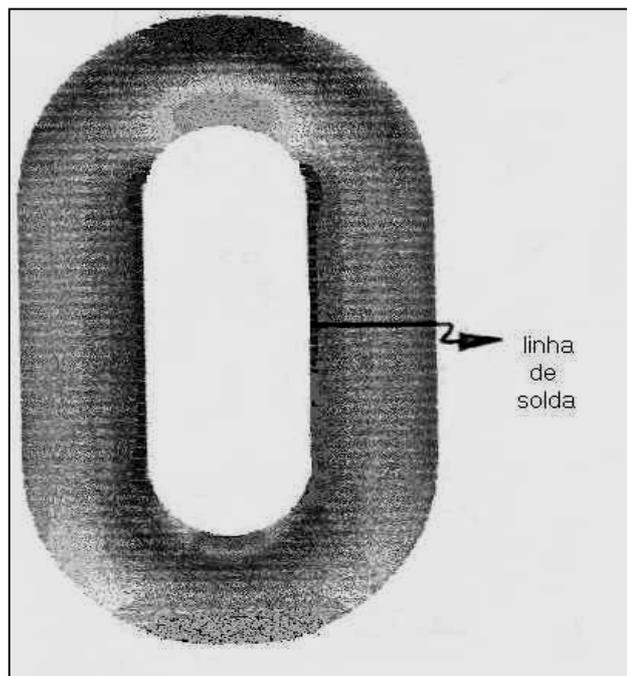


Figura 3.1- Geometria típica de um elo sem malhete com aplicações em sistemas de ancoragem *offshore*.



Figura 3.2 – Geometria típica de um elo com malhete após limpeza tipo ORQ com aplicações em sistemas de ancoragem *offshore*.

3.2 Condição do Material Ensaiado

Para obter o material necessário para a usinagem dos corpos de prova do estudo em questão foram utilizados 5 elos com corrosão e 5 elos sem corrosão.

São apresentadas na Tabela 3.2 as condições dos materiais estudados neste trabalho e é mostrado na Figura 3.3 de onde foram retirados os corpos de prova utilizados para os ensaios que serão descritos nos itens subsequentes.

TABELA 3.2 – Condições de Ensaio do aço tipo ORQ.

Condição	Característica do Elo
1	Elos com corrosão na Solda
2	Elos com corrosão no Metal de Base
3	Elos sem corrosão na Solda
4	Elos sem corrosão no Metal de Base



Figura 3.3 – Região de Solda e Metal de Base de onde foram retirados os corpos de prova utilizados nos ensaios mecânicos.

3.3 Posição de Retirada e Geometria dos Corpos de Prova

3.3.1 Corpos de Prova de Tração

Os corpos de prova de tração adotados neste trabalho foram do tipo cilíndrico, retirados à 2/3 do raio da barra (vide Figura 3.4) e apresentando o seu

eixo longitudinal coincidente com a direção de laminação da barra. Sua usinagem foi feita seguindo a Norma ASTM E 8-99 [25] e escolheu-se um diâmetro nominal de 6,25mm e um comprimento útil de 25mm. Na Figura 3.5 está representada a geometria dos corpos de prova de tração.

Para os ensaios de tração, foram retirados um total de 20 corpos de prova, divididos igualmente nas condições descritas na tabela 3.2 do item 3.3.

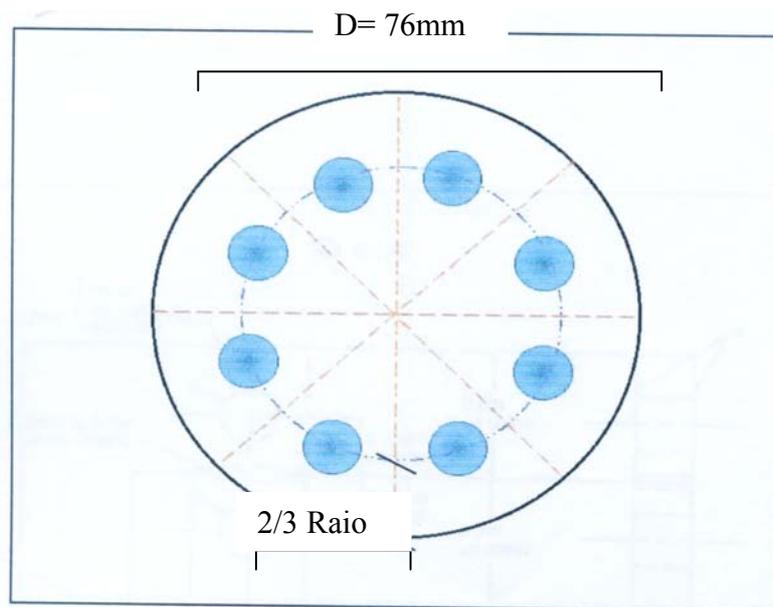


Figura 3.4 -Posição de retirada dos corpos de prova de tração [26].

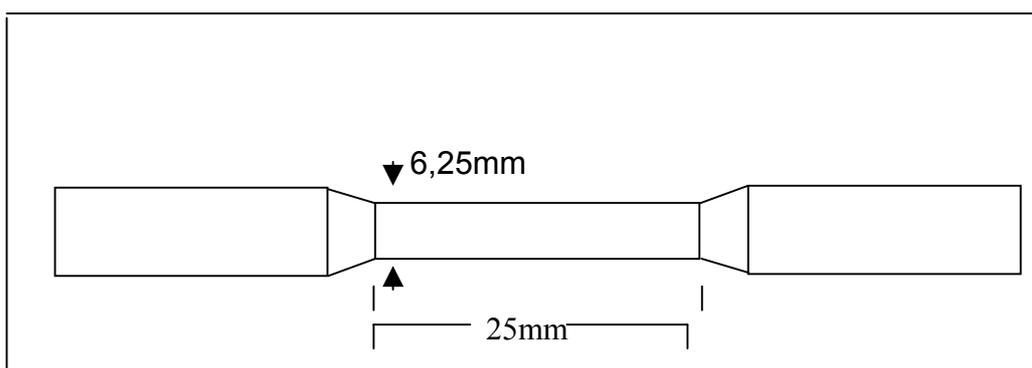


Figura 3.5- Geometria dos corpos de prova de tração.

3.3.2 Corpos de Prova de Impacto Charpy

Os corpos de prova entalhados Charpy adotados neste trabalho foram do tipo A e a posição de retirada destes corpos de prova está apresentada na Figura 3.6a.

Sua usinagem foi feita de acordo com a Norma ASTM E 23-98 [27] com as seguintes dimensões: $B= 10\text{mm}$, $W= 10\text{mm}$, $L=55\text{mm}$ e entalhe de 2mm . É apresentado na Figura 3.6 a geometria do corpo de prova Charpy.

Para os corpos de prova de impacto, foram retirados um total de 32 corpos de prova divididos igualmente, nas condições descritas na tabela 3.2 do item 3.3.

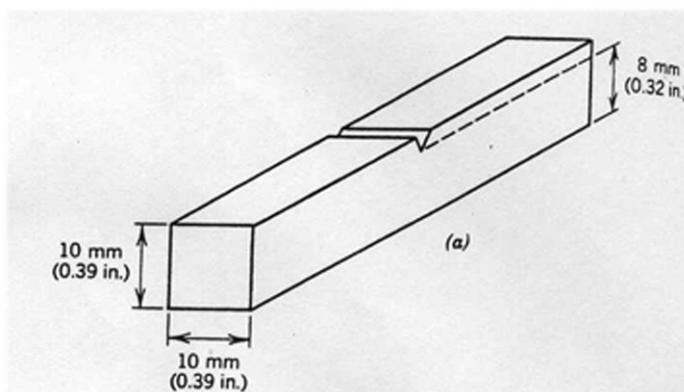


Figura 3.6 – Geometria dos corpos de prova entalhados Charpy tipo A[28].

3.3.3 Corpos de Prova de CTOD

Os corpos de prova para ensaios de CTOD adotados neste trabalho foram retirados de elos de amarras com corrosão e de elos de amarras sem corrosão nas regiões do material de base e do material de solda , num total de doze corpos de prova. A orientação de retirada dos corpos de prova foi do tipo L-R conforme apresentado na Figura 3.7 enquanto que na Figura 3.8 está apresentada a posição de retirada dos corpos de prova, seguindo a Norma ASTM E 399 –90 [29]. As dimensões utilizadas foram espessura (B) de 10mm , largura (W) de 20mm e comprimento (L) de 90mm e pré –trinca de fadiga (a) de 2mm . Na Figura 3.9 está representada a geometria adotada dos corpos de prova de CTOD.

Para acompanhamento do desenvolvimento do crescimento da trinca foi utilizado o método visual, conforme estabelecido na ASTM E647-99 [30]. Desta forma, os corpos de prova tiveram as suas superfícies polidas e foram feitas marcações espaçadas de 0,5mm.

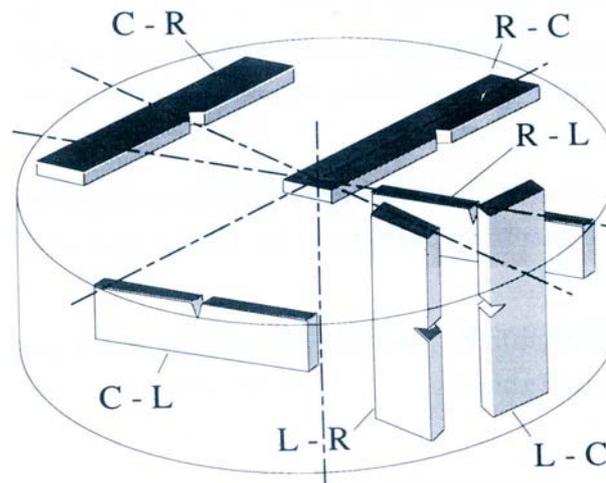


Figura 3.7 - Orientação L-R da retirada dos corpos de prova CTOD [29,31].

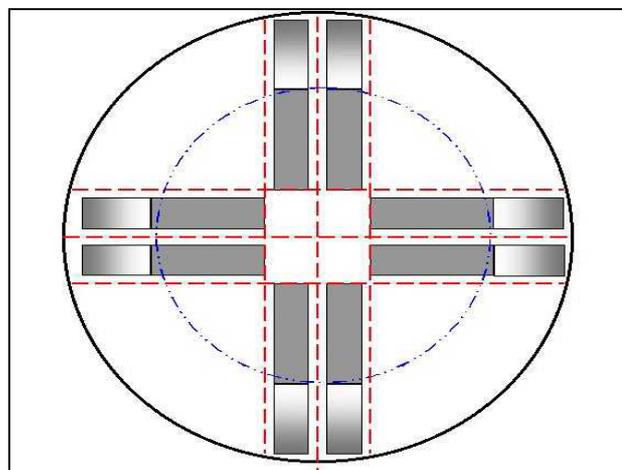


Figura 3.8 – Posição de retirada dos corpos de prova nos elos[6].

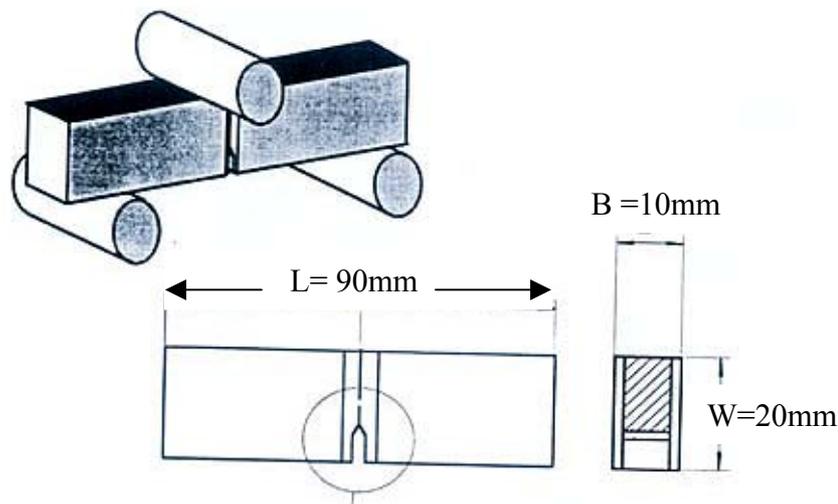


Figura 3.9- Geometria dos corpos de prova CTOD[28].

3.3.4 Pré -Trincamento dos Corpos de Prova de CTOD

Os corpos de prova foram pré-trincados em fadiga até 2,0 mm à frente do entalhe mecânico.

O pré -trincamento foi realizado em conformidade com a norma ASTM E 647-99 [27] e teve como objetivo promover a eliminação dos efeitos introduzidos pela usinagem do entalhe mecânico, além de representar uma condição de ensaio mais crítica para o material devido à intensificação de tensões causadas pelo pré-trincamento de fadiga.

As expressões a seguir foram utilizadas para calcular a carga máxima adotada no ensaio de pré-trincamento dos corpos de prova.

$$K_{\max}/E < 1,5 \times 10^{-4} m^{1/2} \quad (4)$$

Onde E representa o Módulo de Elasticidade do material, admitido como 210GPa e o K_{\max} é o valor máximo de tenacidade.

$$K_{\max} = [P_{\max} * f(a/W)] / B * W^{1/2} \quad (5)$$

Sendo P_{\max} a carga máxima de fadiga e $f(a/W)$ a função de geometria da trinca na qual a/W representa a razão entre o tamanho do defeito(entalhe mais pré-trinca de fadiga no início do ensaio) e a largura do corpo de prova.

Com a e a/W equivalentes a 10mm e 0,5, respectivamente, obteve-se o valor tabelado da função $f(a/W)$ de 10,65. Então, os valores calculados de $K_{m\acute{a}x}$ e $P_{m\acute{a}x}$ através das expressões (4) e (5) foram:

$$K_{m\acute{a}x} = 31,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$$

$$P_{m\acute{a}x} = 4,18\text{kN}$$

O pré-trincamento dos corpos de prova foi realizado em uma máquina servo-hidráulica INSTRON, modelo 8502, da série 851 Plus com célula de carga de 100kN, adotando o carregamento no modo I do tipo tração- tração com amplitude crescente (devido ao *step wise*).

A razão de cargas (R) inicial foi de 0,1 o que resultou em uma carga mínima de 0,35kN. Neste pré-trincamento foi utilizada uma metodologia chamada *step wise* onde a partir de um comprimento de trinca de 1,0mm promoveu-se o aumento da razão de cargas. Desta maneira, R assumiu valores de 0,5(carga mínima de 1,75kN) e 0,7(carga mínima de 2,45kN) em comprimentos de trinca de 1,0 mm e 1,5 mm, respectivamente.

Nos ensaios de fadiga realizados foi usado o recurso chamado *step wise*, onde foram utilizadas cargas mínimas variáveis, devido à variação da razão de cargas R ser variável.

O crescimento estável da trinca de fadiga foi monitorado na superfície dos corpos de prova com auxílio de uma lupa com aumento de 10x e iluminação estroboscópia. Quando a trinca atingia o crescimento pré-estabelecido, o carregamento era interrompido a fim de determinar o número de ciclos relativos ao seu crescimento.

Os parâmetros do pré-trincamento foram os seguintes:

Frequência de ciclagem: 40Hz

Tipo de carregamento: Senoidal

Carga máxima de abertura de trinca: 3,5kN

Cargas mínimas de abertura de trinca: 0,35kN, 1,75kN, 2,45kN

Comprimento de Pré-Trinca: 2,0mm

Comprimento de Trinca Inicial: 10,0mm (incluindo o entalhe mecânico)

Ambiente: ar

Temperatura: 25° C

Acompanhamento do Crescimento da Trinca: visual, com auxílio de uma lupa com aumento de 10 vezes.

3.3.5

Corpos de Prova para o Ensaio de Corrosão

Os corpos de prova adotados para o ensaio de corrosão foram retirados do lado esquerdo e direito da linha de solda fazendo um total de seis corpos de prova, homogeneamente divididos nas condições A, B e C. As três condições de retirada dos corpos de prova estão explicadas abaixo:

Condição A - Corpos de prova da linha de solda

Condição B – Corpos de prova da ZTA

Condição C – Corpos de prova material de base

O dimensionamento dos corpos de prova foi feito de acordo com as dimensões da célula eletroquímica (vide Figura 3.14 do item 3.7). Sendo assim, os corpos de prova foram usinados com o diâmetro (D) e espessura (B) de 11 mm e 5,5 mm, respectivamente. Estes corpos de prova foram retirados a uma distância de aproximadamente 30mm da superfície do elo de partes de elo medindo aproximadamente 50mm.

Está mostrado na Figura 3.10 a posição de retirada dos corpos de prova nos elos das amarras a partir da linha de solda.

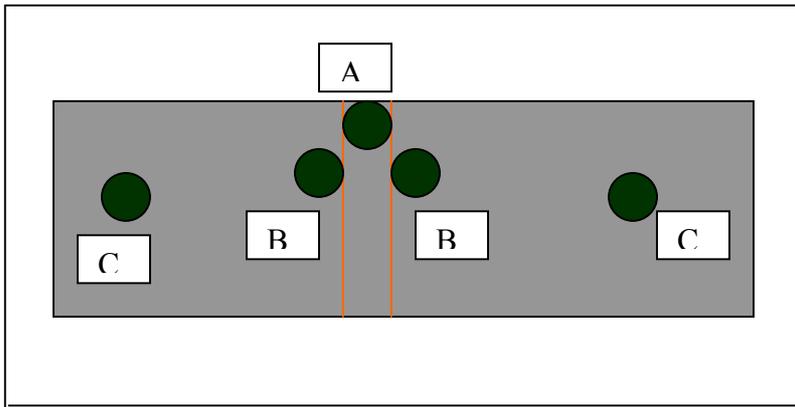


Figura 3.10– Direção longitudinal de laminação de retirada dos corpos de prova.

Está mostrado na Figura 3.11 a geometria em 3D dos corpos de prova para os ensaios de corrosão

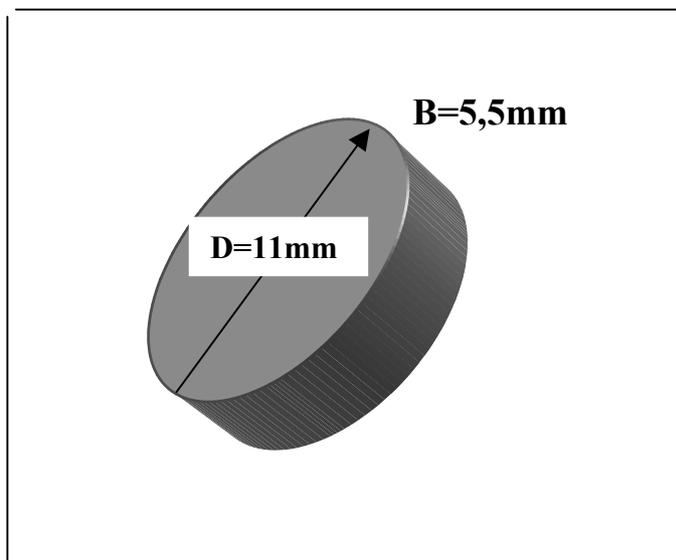


Figura 3.11 - Geometria dos corpos de prova.

3.4

Ensaaios de Tração

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina hidráulica da marca INSTRON contendo uma célula de carga com capacidade de 10kN, de acordo com a norma ASTM E 8-99 [25].

Foram realizados ensaios de tração uniaxial em vinte corpos de prova cilíndricos, sendo que cinco corpos de prova para cada condição em estudo, como já apresentado anteriormente, com o objetivo de determinar o limite de escoamento, o limite de resistência, o alongamento percentual, a ductilidade na fratura e a redução de área do aço estrutural tipo ORQ.

3.5

Ensaaios de Impacto Charpy

Os ensaios de impacto Charpy foram realizados em conformidade com a ASTM E 23-98 [27] e apresentado na Figura 3.12.

O ensaio de impacto caracteriza essencialmente a resistência à fratura frágil do material sob as condições de ensaio.

Foram realizados ensaios de impacto Charpy em 32 corpos de prova, sendo 8 corpos de prova para cada condição em estudo vide tabela 3.2 do item 3.3), com o objetivo de determinar a tenacidade ao impacto do material para as condições pré- estabelecidas, e conseqüentemente, avaliar se o material se encontra dentro das normas.

Os corpos de prova foram ensaiados ao ar e às temperaturas de 0°C e -15°C.

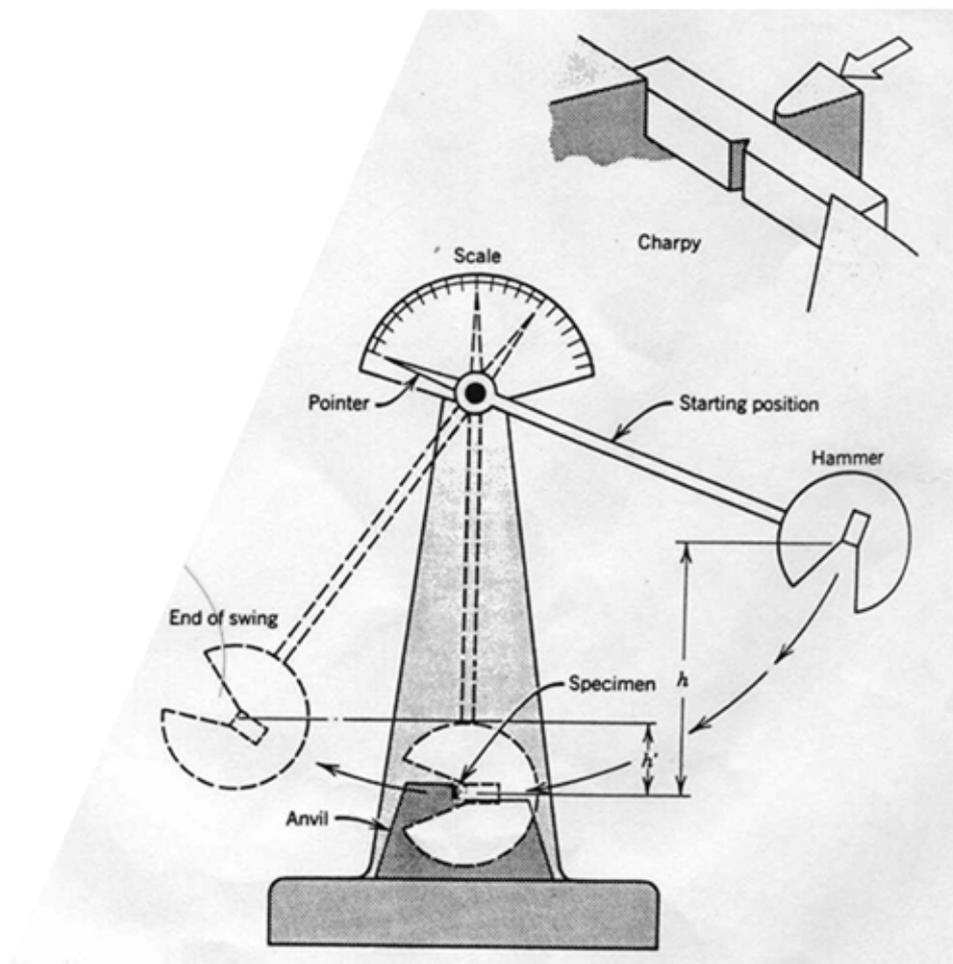


Figura 3.12-Esquema do ensaio de impacto Charpy [6].

3.6 Ensaio CTOD

O ensaio CTOD foi realizado em equipamento universal de ensaios INSTRON 5500R de acordo com a norma DNV [23]. Foi adotada uma velocidade de aplicação de carga de 1,00mm/min. Os 12 corpos de prova foram ensaiados até a carga máxima ou falha do corpo de prova. Para a medida da abertura do entalhe mecânico, foi utilizado um *clip-gauge* de abertura máxima de 5mm. Todos os corpos de prova foram ensaiados à temperatura de -20°C

É apresentado na Figura 3.13 a montagem esquemática do corpo de prova na máquina de ensaio.

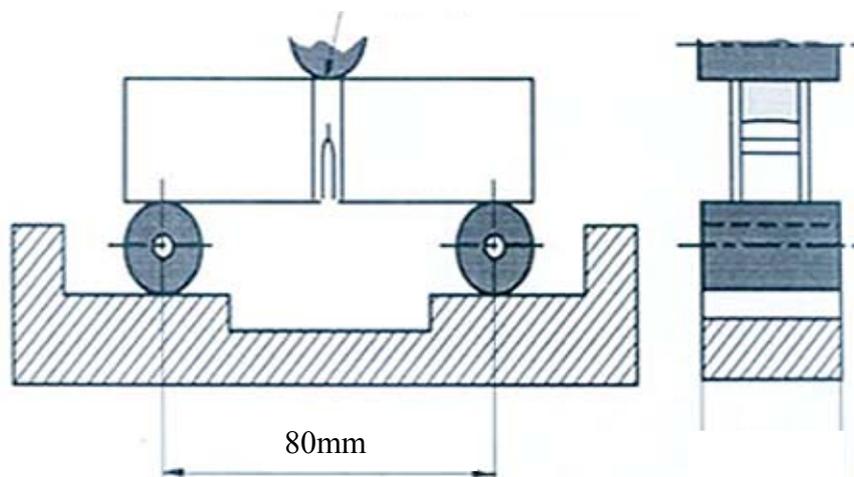


Figura 3.13 - Montagem esquemática de um corpo de prova para ensaio CTOD.

Após a realização dos ensaios, foi feita a medição do comprimento da trinca de fadiga e da sua propagação durante o ensaio. Para isso, os corpos de prova foram imersos em um recipiente contendo nitrogênio líquido e quebrados para que a trinca ficasse exposta. Para a análise, adotou-se um estereoscópio com aumento de 12 vezes e assim poder fazer as medições necessárias para encontrar um valor médio do tamanho de trinca de cada corpo de prova ensaiado.

Após essas medições de tamanho de trinca, foi efetuado o cálculo do valor do CTOD em função da geometria dos corpos de prova e propriedades do material, de acordo com as normas DNV e ASTM E 1290 -93[23, 32].

3.7 Ensaio de Corrosão na Célula Eletroquímica

O ensaio de corrosão teve como objetivo principal verificar o comportamento do material sob condições de corrosão através de um potencial eletroquímico aberto.

3.7.1 Parte I –Ensaio de Corrosão em Amostras como recebida

Neste ensaio, foram utilizadas 6 amostras na condição de como recebida de um elo que continha a corrosão localizada e 6 amostras também na condição

de como recebida de um outro elo que não continha a corrosão localizada, divididos como está mostrado na Tabela 3.3.

TABELA 3.3 – Divisão das Amostras Como Recebidas para Ensaio de Corrosão.

Número de Amostras	Região do Elo sem corrosão	Número de Amostras	Região do Elo com corrosão
2	Material de Base	2	Material de Base
2	ZTA	2	ZTA
2	Solda	2	Solda

O ensaio objetivou a determinação da densidade de corrente de corrosão e potencial eletroquímico, parâmetros estes que permitiram, posteriormente o cálculo da taxa de corrosão e obtenção do índice de susceptibilidade à corrosão de cada região do material em estudo.

Na célula eletroquímica que está mostrada na Figura 3.14 tem-se como eletrodo de referência, um eletrodo do tipo prata/ cloreto de prata em solução de KCl 3,8Molar, chamado de eletrodo ROX 674 [33], que tem como finalidade medir o valor do potencial do eletrodo de trabalho, no caso, o aço tipo ORQ em estudo. Utilizou-se também, um contra-eletrodo, um eletrodo de platina, que teve a finalidade de medir o valor de corrente que passava pelo circuito potenciostático utilizado. Utilizou-se como solução agressiva a água do mar (contendo NaCl com concentração de 3,5%).

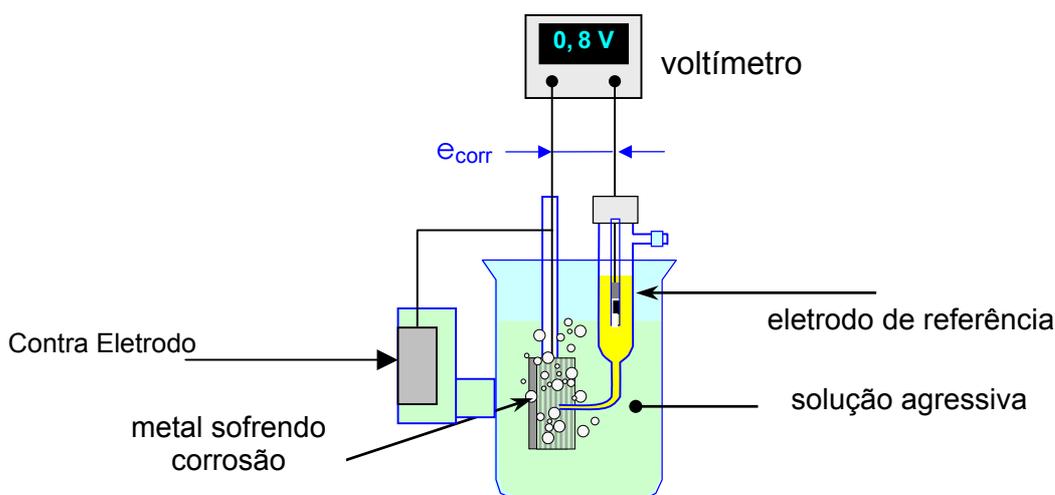


Figura 3.14 – Esquema de montagem de dispositivo para avaliação do potencial de corrosão da junta soldada, ZTA e material de base dos elos tipo ORQ.

Com este circuito fechado e impondo uma faixa de potencial onde a corrente permanecesse em torno do zero, uma velocidade de 10mV/s e frequência de 5Hz foi feita uma varredura na faixa de potencial correspondente ao zero na corrente, para saber a resposta do material em relação à corrosão, ou seja, do potenciostato. Essa varredura teve a duração de aproximadamente 2 minutos para cada ensaio das amostras em estudo. Ou seja, de cada região em estudo, foram retiradas duas amostras e em cada uma das amostras foram feitas de duas a três varreduras de 2 minutos, permitindo a obtenção de diversos pontos de corrente e potencial para posteriormente construção de curvas experimentais desejadas.

Os dados obtidos por esta varredura foram obtidos através da ligação on-line entre o potenciostato apresentado na Figura 3.14 (que tem a função de aplicar uma rampa de potencial no eletrodo de trabalho da célula eletroquímica e registrar a corrente produzida no circuito) que está ligado aos componentes da célula eletroquímica e o *software* chamado *Labtech Notebook Pro* versão 9.02, o qual a tela principal está mostrada na Figura 3.15. Este *software* que está instalado num microcomputador Pentium 133 com uma placa de aquisição de dados PC-LabCard (PCL-812PG) permite a aquisição de dados de corrente e potencial obtidos pelo potenciostato da marca EG & G Instruments - Princeton Applied Research (modelo 362) e passa para o computador. Através deste *software* pode-se acompanhar o ensaio tempo real que as reações ocorreram. Esses dados retirados do ensaio pelo *Labtech* foram abertos no programa Excel, e a partir daí, pode-se construir curvas experimentais de potencial versus densidade de corrente. Tais curvas experimentais permitiram a determinação da taxa de corrosão e susceptibilidade à corrosão de cada região.

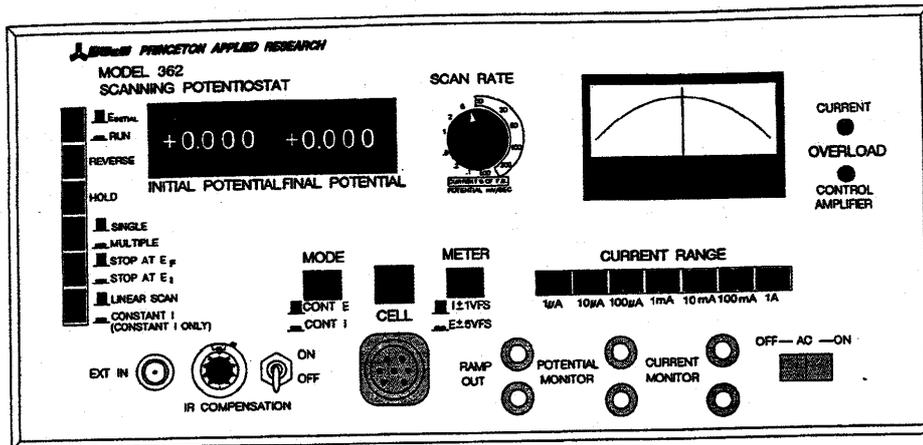


Figura 3.15 – Vista frontal do potenciostato.

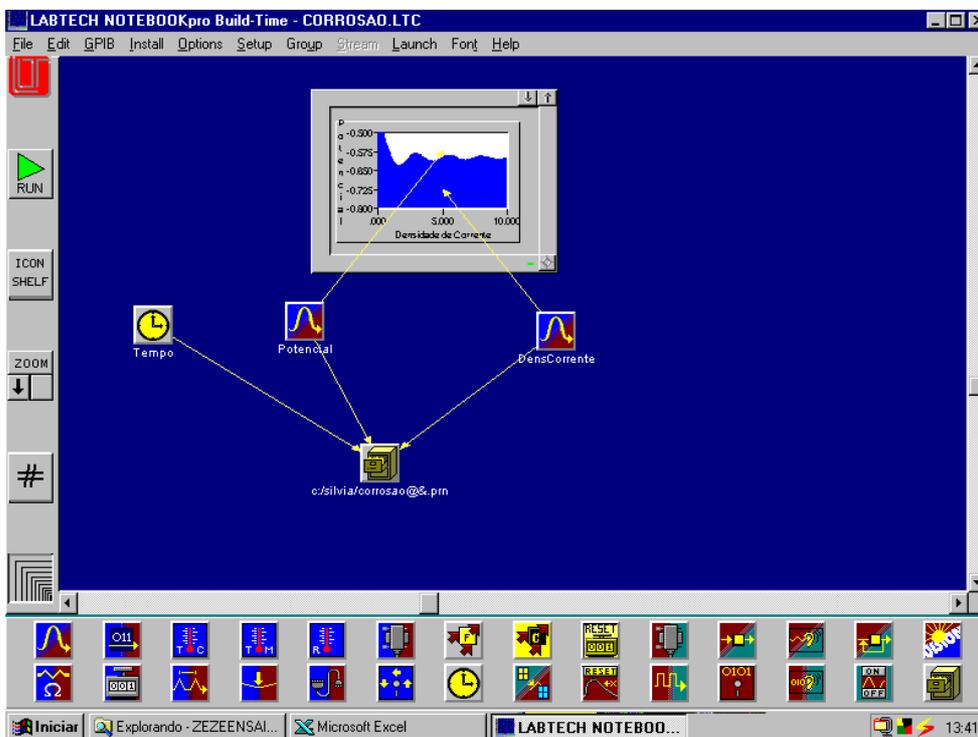


Figura 3.16 – Tela inicial do software Labtech Notebook Pro.

3.7.2

Parte II – Ensaio de Corrosão em Amostras da ZTA Tratadas Termicamente com o Metal de Base na Condição de Como Recebida

Após os ensaios de corrosão descritos na Parte I e as respectivas análises, as amostras da região que apresentaram maior susceptibilidade à corrosão (ZTA) foram tratadas termicamente (vide item 3.8) e novamente ensaiadas. Os tratamentos estão apresentados na Tabela 3.4.

TABELA 3.4 – Tratamentos Térmicos para amostras da Região da ZTA .

Amostra	Tratamento Térmico
1	Recozida, austenitizada à 840°C por 1 hora seguida de têmpera em água.
2	Recozida, austenitizada à 870°C por 1 hora seguida de têmpera em água.
3	Recozida, austenitizada à 900°C por 1 hora seguida de têmpera em água.
4	Não recozida, austenitizada à 840°C por 1 hora seguida de têmpera em água.
5	Não recozida, austenitizada à 870°C por 1 hora seguida de têmpera em água.
6	Não recozida, austenitizada à 900°C por 1 hora seguida de têmpera em água.
7	Recozida, austenitizada à 840°C por 1 hora, temperada em água e revenida à 650°C por 1 hora.
8	Recozida, austenitizada à 870°C por 1 hora, temperada em água e revenida à 650°C por 1 hora.
9	Recozida, austenitizada à 900°C por 1 hora, temperada em água e revenida à 650°C por 1 hora.
10	Não recozida, austenitizada à 840°C por 1 hora ,temperada em água e revenida à 650°C por 1 hora.
11	Não recozida, austenitizada à 870°C por 1 hora ,temperada em água e revenida à 650°C por 1 hora.
12	Não recozida, austenitizada à 900°C por 1 hora ,temperada em água e revenida à 650°C por 1 hora.

Lembrando que cada amostra sofreu duas varreduras de 2 minutos em torno de uma variação de potencial estipulada.

As curvas experimentais foram novamente construídos pelo Excel através dos dados extraídos do *software Labtech Pro* e do potenciostato e analisados para obter um índice que mostre a susceptibilidade à corrosão de cada condição ensaiada.

3.7.3

Parte III – Ensaio de Corrosão em Amostras do Metal de Base Tratadas Termicamente

Após os ensaios de corrosão descritos na Parte II e as respectivas análises, amostras da região do metal de base foram tratadas termicamente nas mesmas condições que as amostras da ZTA no item 3.7.2 , para posterior análise com metal de base e ZTA nas mesmas condições de tratamento térmico.

3.8

Caracterização Microestrutural

3.8.1

Análises Metalográficas para a Condição de Como Recebida

A preparação metalográfica das amostras do material seguiu a norma ASTM E 3-95 [34].

As amostras foram levadas às lixadeiras contendo lixas de número 220, 320, 400, 600 e 1000. Após o lixamento por via úmida em todas as lixas acima, as amostras foram polidas com pastas de diamante, 3microns e 1 micron utilizando álcool etílico. Para finalizar, as amostras foram atacadas com o reagente Nital 2% e com ataque colorido chamado *Beraha “10/3”* (versão do *Klemm I*) [35].

As amostras foram analisadas e documentadas em microscópio ótico da marca Zeiss, adotando-se aumentos de 50, 200 e 500 vezes para amostras de elos com corrosão e amostras de elos sem corrosão, para as diversas regiões em estudo.

Para a análise no Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) foi preparada uma amostra da região da ZTA. Primeiramente, a amostra foi cortada na máquina de corte ISOMET a fim de obter uma fatia fina do material (por volta de 20mm de espessura). Após o corte, a amostra foi colada em um suporte para

facilitar o manuseio na hora do lixamento e polimento. O lixamento nas lixas de número 220, 320, 400, 600 e 1000 consistiu em diminuir a espessura da amostra até que esta se encontrasse com 100 microns de espessura (espessura ideal para a observação no MET), além de obter uma superfície lixada e polida. Após todo o processo de lixamento, foi feito um rápido polimento e em seguida foram retiradas pequenas amostras circulares de aproximadamente 2,5mm de diâmetro através de um punção de metal. Com as amostras preparadas, foi feito um ataque eletroquímico utilizando uma solução contendo 10% de ácido perclórico e 20% de ácido acético `a temperatura de 20°C a fim de obter na amostra um mínimo furo central para permitir a passagem do feixe de elétrons do MET para possibilitar a observação da amostra.

Após todas essas etapas de preparação de amostra, esta foi levada para a Microscópio Eletrônico de Transmissão.

3.8.2 Contagem da Porcentagem de Ferrita

A contagem de ferrita foi feita no Laboratório de Processamento Digital de Imagens (LPDI) do DCMM utilizando um microscópio óptico da marca Zeiss Axioplan 2 Imaging com a lente programas Axiovision 3.1, que captura as imagens de interesse para a contagem ferrita, e o *software* KS 400-3.0, que faz o processamento das imagens. Para fazer a contagem da porcentagem de grãos escuros e claros, grãos de perlita e de ferrita, respectivamente, as amostras foram preparadas seguindo a norma de preparação de amostras para a microscopia ótica.

3.8.2.1 Parte I – Varredura Milimétrica

Amostras das regiões da solda, ZTA e metal base de elos com e sem corrosão foram analisadas neste procedimento, objetivando a determinação da fração volumétrica de ferrita em cada uma destas regiões de interesse. As amostras foram retiradas de posições periféricas (borda do elo) e centrais(exatamente no centro do elo) e cada amostra sofreu no mínimo três análises quantitativas em cada uma das regiões mencionadas, ao longo da linha de solda, distanciadas em média 3 mm uma da outra.

3.8.2.2 Parte II –Varredura Micrométrica

Numa segunda etapa foram selecionadas uma amostra de elo com corrosão e outra de elo sem corrosão, ambas retiradas de posições centrais dos elos.

Ambas as amostras sofreram preparação metalográfica e levadas ao LPDI para análises quantitativas mais rigorosas, uma vez que as amostras sofreram varreduras micrométricas para a obtenção de suas porcentagens de ferrita.

A varredura nas amostras foi feita transversalmente à linha de solda, totalizando 40 campos de 280 microns que foram capturados e tiveram calculados as suas porcentagens de ferrita .

Além da varredura transversal, foi feita também uma varredura em 10 pontos longitudinalmente à linha de solda, distanciados em média de 2 mm o que possibilitou um mapeamento total da amostra em estudo. A Figura 3.17 mostra de maneira simples como foi feita essa varredura.

Após a varredura, os dados ficam disponíveis em programa Excel, o que permitiu a obtenção de gráficos relacionando a porcentagem de ferrita com a distância da linha de solda.

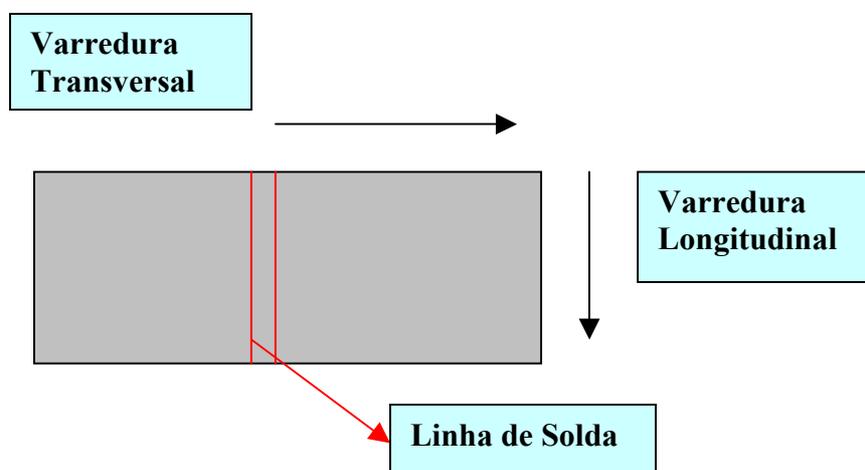


Figura 3.17– Esquema de varreduras transversal e longitudinal adotadas na medição micrométrica das porcentagens de ferrita.

3.8.3 Tamanho da Zona Termicamente Afetada

O tamanho da Zona Termicamente Afetada (ZTA) foi encontrado após a varredura feita para a contagem de porcentagem de ferrita no material com corrosão e sem corrosão em estudo.

A partir da tabela construída no programa Excel contendo as porcentagens de todas as varreduras feitas no material, foi obtido um gráfico que relacionou a porcentagem de ferrita em função da distância da linha de solda do material.

De posse deste gráfico foi possível obter uma medida para o tamanho da ZTA, que está compreendida entre a região de solda e a região do metal de base, ou seja, a ZTA tem o seu início onde há no gráfico uma queda brusca na porcentagem de ferrita obtida próxima à linha de solda, e tem o seu fim delimitado pelo início de uma porcentagem de ferrita constante, o que indica o início da região do metal de base.

Assim, pode-se então obter o tamanho da ZTA para as amostras de elos com corrosão e sem corrosão.

3.8.4

Otimização do Tratamento Térmico de Reozimento

Com a finalidade de obter valores otimizados de temperatura e tempo de recozimento para as amostras que seriam tratadas termicamente, alguns testes foram feitos.

Primeiramente, o tempo de tratamento térmico foi fixado em uma hora para as temperaturas escolhidas, de 900°C, 950°C e 1000°C. Três amostras retiradas da região do metal de base contendo bandeamento foram selecionadas, preparadas metalograficamente e documentadas a fim de comprovar a existência do bandeamento na microestrutura antes do tratamento térmico de recozimento.

Após esta documentação, as três amostras foram levadas ao forno e cada amostra foi submetida a uma das temperaturas citadas durante o tempo escolhido e com o resfriamento posterior lento e dentro do forno até atingir a temperatura ambiente.

Estas três amostras foram novamente preparadas metalograficamente e analisadas com a finalidade de se comprovar se o tratamento térmico de recozimento extinguiu com o bandeamento prévio.

Após fixada a temperatura de 1000°C, foi escolhido o tempo de uma hora e meia dentro do forno a esta temperatura. Como este tempo não foi suficiente

para extinguir com o bandeamento, foi escolhido o tempo de duas horas e meia à temperatura de 1000°C.

Para a condição de tratamento térmico, a temperatura que conseguiu exterminar com o bandeamento foi a temperatura de 1000°C e o tempo utilizado foi o de duas horas e meia.

3.8.5 Tratamentos Térmicos

O tratamento térmico utilizado de têmpera seguida de revenido foi escolhido devido à exploração de petróleo em águas profundas que requer o aumento de resistência mecânica dos materiais com a sua perda de peso, e essas características são obtidas através deste tratamento térmico.

Primeiramente as amostras retiradas da região da ZTA e metal de base de elos com corrosão foram divididas em dois grupos contendo seis amostras antes do começo das etapas de tratamentos térmicos. O primeiro grupo de amostras foi levado ao forno para o tratamento térmico de recozimento, a fim de extinguir o bandeamento da microestrutura e homogeneizar a estrutura. Este tratamento térmico foi feito à uma temperatura de 1000°C por duas horas e meia e as amostras resfriadas lentamente dentro do forno até atingir a temperatura ambiente. O segundo grupo de seis amostras não foi levado ao forno para esse tratamento térmico de recozimento.

Após o tratamento térmico de recozimento convencional procedeu-se um tratamento térmico austenitização seguido de têmpera em doze amostras (seis recozidas e seis não recozidas) adotando-se diferentes temperaturas de austenitização (840°C, 870°C e 900°C) durante uma hora. Todas as amostras foram resfriadas em água.

Após a têmpera, seis destas amostras (três recozidas e três não recozidas) sofreram revenido na temperatura de 650°C durante uma hora.

As temperaturas de têmpera escolhidas para os tratamentos térmicos das amostras da região mais susceptível à corrosão, ou seja, a ZTA, foram baseadas na temperatura indicada pelo *Metals Handbook e ASM Handbook* [36,37], para o aço SAE 1330 em estudo, que é de 837°C. Assim sendo, foram escolhidas três temperaturas em torno desta, ou seja, 840°C, 870°C e 900°C.

Depois de ser feito o revenido, as amostras foram preparadas metalograficamente, documentadas em microscopia ótica e levadas para o ensaio de corrosão na célula eletroquímica a fim de analisar o comportamento eletroquímico destas novas microestruturas.

A temperatura para o revenido foi escolhida levando-se em conta a temperatura para aços SAE 1330 indicada pelo *Metals Handbook e ASM Handbook* [36,37]. Com isso, determinou-se que a temperatura de revenido seria de 650°C por uma hora.

3.9 Perfil de Microdureza e Dureza

Este ensaio de microdureza foi feito em amostras de elos com corrosão e amostra de elos sem corrosão e teve como objetivo obter um perfil de microdureza para cada uma das amostras, ou seja, uma relação entre a microdureza (Hv) e a distância da linha de solda (d).

Os ensaios de microdureza foram realizados seguindo as normas ASTM E 140-97 e ASTM E 384-89 [38, 39]. O equipamento utilizado foi o microdurímetro SHIMADZU modelo HMV-2000 com carga de 300 gf aplicada por um tempo de 30 segundos. E a medida de microdureza utilizada foi a Vickers, segundo a Norma ASTM E 92-82[40].

Para traçar o perfil de microdureza, primeiramente foi feito um levantamento de 10 medidas ao longo do comprimento das amostras, isto é, uma varredura transversal à linha de solda, com distância entre as identações de 1 a 2 mm. Esta varredura foi feita em duas amostras de regiões distintas do mesmo elo, ou seja, uma amostra retirada do centro e outra amostra da borda do elo, com a finalidade de se obter uma melhor definição do perfil desejado. Após essa varredura, feita uma outra mais refinada na região próxima à linha de solda, na qual a distância entre as identações passou a ser de 0,25 mm, o que possibilitou ter uma determinação mais sensível do perfil de microdureza.

Com os valores de microdureza Vickers e as distâncias da linha de solda de onde esses valores foram obtidos, o perfil de microdureza para cada amostra foi traçado.

Os ensaios de dureza foram feitos na Máquina Wolpert com indicador Testor da Instron e modelo Probat para elos com e sem corrosão. A dureza medida

no ensaio foi a dureza Vickers (Hv). O ensaio para todas as amostras foi feito utilizando uma carga de 10 kg. Para este ensaio foram realizadas três medidas de duas regiões distintas do elo, ou seja, da região da borda do elo e da região central do elo. Após as medições, foi montada uma tabela relacionando as regiões do elo com os valores de dureza obtidos.

Este ensaio foi feito com a finalidade de comparar estes valores de dureza com os valores obtidos no ensaio de microdureza. Os valores de dureza e de microdureza estarão expostos em tabelas no próximo capítulo.

3.10 Índices de Bandas

Como já foi dito anteriormente, o processo de solidificação nos aços leva a uma microsegregação de impurezas e elementos de liga e juntamente com a deformação causada pela laminação, leva as regiões da estrutura a ficarem ricas ou pobres em determinados elementos de liga, o que forma a microestrutura de bandas. Com a separação das fases em bandas de ferrita e perlita, as macropropriedades como resistência mecânica e tenacidade ao impacto são afetadas. A Norma ASTM 1268 [41] foi utilizada como uma forma de caracterizar esta estrutura de bandas do material em estudo assim como extensão destas bandas.

Para que esta norma fosse implementada, foi feita uma automação desta para a determinação do índice de anisotropia (AI) e do grau de bandeamento (Ω_{12}) utilizando a Microscopia Óptica Digital presente no LPDI (Laboratório de Processamento Digital de Imagens), para a captura das imagens bandeadas assim como para a criação de uma rotina no programa KS400 a fim de obter os índices de anisotropia e o grau de bandeamento para os elos com e sem corrosão.

Segundo a norma [41], o grau de bandeamento encontra-se entre 0 (para distribuição microestrutural aleatória) e 1 (para distribuição microestrutural totalmente orientada) enquanto que o índice de anisotropia pode assumir valores iguais a 1 (para microestruturas não bandeadas) ou superiores a 1 (para microestruturas bandeadas).

Para o cálculo destes parâmetros, foram capturadas 35 imagens de cada amostra (com e sem corrosão) e então através da automação da norma foram encontrados os resultados desejados.

3.11

Difração de Raios-X

Com a finalidade de obter um difractograma de identificação das presenças dos elementos e seus compostos no material em estudo, foi utilizada a técnica de difração de raios-x para obter os picos de difração destes elementos. Para essa identificação, foi utilizado o difractômetro de raios-x modelo D5000, da marca Siemens. O método de análise utilizado foi o de análise qualitativa de fases

A condição de varredura utilizada para qualificar a presença de cromo e níquel em amostras dos elos com e sem corrosão na região da ZTA e metal de base foi a de 5 a $90^{\circ} 2\theta$ com um tempo de 10 segundos para cada passo de $0,02^{\circ}$. O tempo total para cada varredura foi de 12 horas. O anodo utilizado para esse método foi o anodo de cobre, com comprimento de onda λ , de 1,5406 Å.

3.12

Análise de Precipitados no Microscópio Eletrônico de Transmissão

Com a finalidade de observar a presença de precipitados e possivelmente confirmar a existência destes indicados de forma qualitativa na Difração de Raios-X, foi utilizado o MET. Para tal análise e caracterização dos elementos presentes nos precipitados, foi feito um EDS (Electron Diffractometer Spectroscopy) em cima dos precipitados que apareceram nas regiões da ZTA das amostras retiradas de elos com corrosão.

3.13

Caracterização Fractográfica no Microscópio Eletrônico de Varredura

Após o ensaio CTOD, cada corpo de prova foi analisado, a fim de se determinar o micromecanismo de fratura atuante na região de solda e na região do metal de base dos elos com e sem corrosão.

Estas amostras tiveram a sua análise feita no microscópio eletrônico de varredura da marca Zeiss modelo DSM 960.

As amostras escolhidas foram preparadas no laboratório, onde promoveu-se a limpeza de suas superfícies de fratura. E então foram levadas ao MEV para serem analisadas e documentadas.