UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA CENTRO TECNOLÓGICO DE JOINVILLE CURSO DE ENGENHARIA NAVAL

RENÉE ROBERTO DE OLIVEIRA

ANÁLISE CORROSIVA DO AÇO API 5L X65 PSL2 TRATADO TERMICAMENTE

Joinville 2022

RENÉE ROBERTO DE OLIVEIRA

ANÁLISE CORROSIVA DO AÇO API 5L X65 PSL2 TRATADO TERMICAMENTE

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Naval no Centro de Joinville da Universidade Federal de Santa Catarina.

Orientadora: Dra. Viviane Lilian Soethe Parucker

Coorientador: Dr. Moisés Felipe Teixeira

Joinville 2022

RENÉE ROBERTO DE OLIVEIRA

ANÁLISE CORROSIVA DO AÇO API 5L X65 PSL2 TRATADO TERMICAMENTE

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi julgado adequado para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Naval, na Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico de Joinville.

Joinville, 18 de Março de 2022.

Prof^a. Viviane Lilian Soethe Parucker, Dr. Eng. Coordenadora do Curso

BANCA EXAMINADORA:

Prof^a. Viviane Lilian Soethe Parucker, Dr^a. Orientadora Prof. Moisés Luiz Parucker, Dr. Membro

Eng. Moisés Felipe Teixeira, Dr. Coorientador Prof. Rafael Gallina Delatorre, Dr. Membro

Dedico este trabalho aos meus pais, Magda Cristina Ribeiro e Wilson Roberto Schroeder, com todo o meu amor e gratidão. E a minha noiva Talita.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar a Deus, por estar comigo em todos os momentos da minha vida e me ajudando em todas as conquistas e momentos de dificuldades. Também a Ele por ter me dado pais que nos últimos anos abriram mão de conquistas materiais próprias para me proporcionar uma educação de qualidade.

A minha mãe Magda Cristina Ribeiro, que dedicou com todas as forças para que fosse possível meu conforto, o lar e minhas conquistas, com seu apoio de mãe, seus braços confortáveis e suas palavras sagradas. Ao meu padrasto Wilson Roberto Schroeder, que sempre me deu suas palavras positivas, proporcionou suporte para atingir meus méritos, sempre esteve ao meu lado auxiliando em trabalhos da faculdade. A minha avó Maria Marta por todo auxilio e oração, meu muito obrigado por sempre estar ao meu lado, dando apoio.

A minha noiva, Talita Francine da Rosa por todo amor, carinho, apoio e companheirismo em diversos momentos durante a vida, além de todo o incentivo e apoio durante os anos de faculdade e pela compreensão e paciência demonstrada durante o período do projeto.

Ao meu pai Ivani Roberto de Oliveira (*in memoriam*) que em algum lugar deve estar vibrando com a minha vitória.

Aos meus orientadores Prof^a. Dra. Viviane Lilian Soethe Parucker e Eng. Dr. Moisés Felipe Teixeira, sempre disponíveis e atenciosos. Meu muito obrigado pela amizade, orientação, críticas e sugestões que contribuíram para a realização deste trabalho e principalmente para meu desenvolvimento pessoal e profissional.

À Universidade Federal de Santa Catarina pelos ensinamentos proporcionados ao longo da graduação.

Aos meus amigos do trabalho por me apoiarem, incentivarem e me ajudarem perante as dificuldades e aos ensinamentos transmitidos a mim, especialmente ao Alex que me auxiliou no desenvolvimento do trabalho.

À USIMINAS que forneceram amostras do aço API X65 para a execução do trabalho.

Ao Instituto SENAI Inovação a Laser Joinville que disponibilizou os equipamentos da instituição para a preparação das amostras.

A todos que contribuíram de forma direta e indireta para a realização deste trabalho, o meu reconhecimento.

RESUMO

Um dos maiores problemas enfrentados pela indústria naval é a corrosão. Neste sentido, estudos de alternativas viáveis que objetivam amenizar e retardar os danos causados por este fenômeno são fundamentais. Aços API da classe 5L são do tipo ABRL (Alta Resistência e Baixa Liga), também conhecidos como aços microligados por possuírem elementos de liga em pequenas proporções, possibilitando melhor controle microestrutural e, consequentemente ganhos significativos nas propriedades mecânicas. Largamente utilizados para aplicações offshore, os aços API apresentam características especiais de baixo carbono equivalente, microestrutura refinada, alta tenacidade a baixas temperaturas, excelente resistência na direção da espessura e soldabilidade superior a aços com propriedades similares. Neste trabalho foi realizada a análise da corrosão em amostras de aço API 5L X65 PSL2 tratadas termicamente em forno, comparando dois tipos diferentes de resfriamento, na água e ao ar. A influência dos parâmetros de tratamento térmico empregado sobre a resistência à corrosão das amostras foi estudada. Para tal, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de névoa salina, que objetiva acelerar o processo corrosivo e simular a real aplicação do material. Após este processo, a rugosidade superficial das amostras foi obtida por um rugosímetro. Com base nos resultados dos experimentos foi possível verificar que a perda de massa das amostras não foi muito significativa. Para a taxa de corrosão, as amostras apresentaram bons resultados, sendo considerada baixa a taxa de corrosão, em mm/ano para todas as amostras, tornando o material seguro para utilização em ambientes corrosivos. No que tange os valores de rugosidade superficial, verificou-se que as amostras como recebidas foram as que tiveram um menor impacto superficial após a corrosão, entretanto apresentaram uma maior taxa de corrosão. Já as amostras temperadas em água apresentaram menores taxas de corrosão, porém uma rugosidade inicial menor.

Palavras-Chaves: Têmpera; Forno; Corrosão; API 5L X65 PSL2.

ABSTRACT

One of the biggest problems for the marine industry is corrosion. In this sense, studies of viable alternatives that target and delay the damage caused by this phenomenon are fundamental. Steels 5L steels are of the ABRL type (also known as microalloyed elements for example alloy in small proportions and Alloy the best class of microalloyed resistance control such as mechanical properties and small proportions), improving the control class of significant gains such as mechanical properties. Widely used for offshore applications, the steels have special characteristics of low carbon equivalent, refined microstructure, high toughness at low temperatures, excellent strength in thickness direction and sold superior to steels with similar properties. This work was carried out at two differences in a sample of API 5 X65 PSL2 steel heat treated in oven cooling, in water and in air. The strength of heat treatment parameters on manufacturing specifications was worked out. For this, the details of the test of saline mist bodies were disclosed, which aims to accelerate the corrosive process and simulate a real application of the material. After this process, the surface roughness of the samples was projected by a rugosimeter. Based on the results of the experiments, it was possible to verify that the mass loss of the samples was not very significant. For a print rate, as shown by the presentation of good results, a low print rate, in mm/year for all samples, is considered the safe material for use in corrosive environments. No surface roughness tangents that were detected as received as values were received as minors that had a surface impact after a, however, showed a higher identification rate. On the other hand, the samples quenched in water show initial differences in paint, but a lower roughness.

Key words: Tempering; Oven; Corrosion; API 5L X65 PSL2.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Desenvolvimento dos aços microligados tipo API ao longo do tempo5
Figura 2 - Processo de laminação controlada com e sem resfriamento acelerado nos aços API.
7
Figura 3 - Influência da adição de microligantes na recristalização de austenita9
Figura 4 - Tipos mais comuns de corrosão14
Figura 5 - Desvio médio aritmético do perfil avaliado17
Figura 6 – Imagem ilustrativa da amostra do aço API 5L X65 PSL2 utilizada no trabalho 18
Figura 7 - Amostras do aço API 5L X65 PSL218
Figura 8 - Forno de tratamento térmico utilizado no trabalho19
Figura 9 – Esquema para realização do trabalho experimental20
Figura 10 - Ciclo térmico do processo de (a) têmpera em água e (b) normalização21
Figura 12 – Imagem ilustrativa das amostras após tratamento térmico
Figura 13 – Imagem ilustrativa das amostras após processo de polimento23
Figura 14 – Imagem das amostras antes do processo corrosivo obtidas pela técnica de
microscopia estereoscópica com ampliação de 100x, (a) Amostra 1 AG; (b) Amostra 2 AG;
(c) Amostra 3AG
Figura 15 - Imagem das amostras antes do processo corrosivo obtidas pela técnica de
microscopia estereoscópica com ampliação de 100x, (a) Amostra 1 AR; (b) Amostra 2 AR;
(c) Amostra 3AR
Figura 16 - Imagem das amostras antes do processo corrosivo obtidas pela técnica de
microscopia estereoscópica com ampliação de 100x, (a) Amostra 1 AR; (b) Amostra 2 AR;
(c) Amostra 3AR
Figura 17 – Imagem ilustrativa dos equipamentos utilizados no trabalho, (a) Serra de fita
horizontal, (b) Embutidor Digital, (c) Lixadora e politriz25
Figura 18 - Microscópio óptico ZEISS26
Figura 19 – Imagem ilustrativa do equipamento de Microscopia Eletrônica de varredura
utilizada no trabalho
Figura 20 - Microdurômetro utilizado na análise
Figura 21 – Imagem ilustrativa do equipamento de Névoa Salina empregado no trabalho29
Figura 22 - Máquina de Rugosidade30

Figura 23 - Micrografias obtidas por microscopia óptica e MEV do aço API 5L X65 na
condição CR atacada com Nital 3,5% e ampliação de (a) 200X, (b) 3100X, (c) 500X e (d)
6600X
Figura 24 - Diferença de granulometria entre material produzido por TMCP (a) condição
normal e (b) elementos microligado
Figura 25 - Micrografia obtida por MEV (a) 380X e (b) 10000X34
Figura 26 - (a) Imagem de espectro EDS da inclusão (b) Porcentagem das inclusões
Figura 27 - Perfil de microdureza da amostra como recebidas
Figura 28 - Micrografias obtidas por microscopia óptica e MEV do aço API 5L X65 das
amostras temperadas e resfriadas em água atacada com Nital 3,5% e ampliação de (a) 200X,
(b) 3100X, (c) 400X e (d) 6600X
Figura 29 - Micrografias obtidas por microscopia óptica e MEV do aço API 5L X65 das
amostras normalizadas atacada com Nital 3,5% e ampliação de (a) 200X, (b) 3100X, (c) 500X
e (d) 6600X
Figura 30 - Comparação entre as microestruturas obtidas com ampliação de 500X, (a) como
recebido; (b) temperado em água, (c) normalizadas
recebido; (b) temperado em água, (c) normalizadas
recebido; (b) temperado em água, (c) normalizadas
recebido; (b) temperado em água, (c) normalizadas
recebido; (b) temperado em água, (c) normalizadas
recebido; (b) temperado em água, (c) normalizadas
recebido; (b) temperado em água, (c) normalizadas
recebido; (b) temperado em água, (c) normalizadas
recebido; (b) temperado em água, (c) normalizadas
recebido; (b) temperado em água, (c) normalizadas

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química (% em peso) do aço API 5L X65	6
Tabela 2 - Propriedades mecânicas do aço API 5L X65 obtidas por ensaios de tração	6
Tabela 3 - Propriedades mecânicas do aço API 5L X65 obtidas por ensaio de impacto Charpy	1.
	7
Tabela 4 - Parâmetros utilizados nos processo. 2	1
Tabela 5 - Média e desvio padrão das medidas de dureza3	6
Tabela 6 - Tabela informativa de massa inicial, área e densidade das amostras4	.1
Tabela 7 - Tabela informativa de massa e densidade das amostras após 7 dias de imersão em	
névoa salina4	.3
Tabela 8 - Tabela informativa de densidade e massa perdida das amostras, após 14 dias de	
imersão em névoa salina4	4
Tabela 9 - Classificação qualitativa dos aços-carbono quanto à taxa de corrosão uniforme4	6
Tabela 10 - Tabela de taxa de corrosão4	6
Tabela 11 - Avaliação do avanço da rugosidade devido à corrosão4	-8

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2	OBJETIVO GERAL	3
2.1	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	3
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3.1	AÇOS DE ALTA RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA	4
3.1.1	Normas API	5
3.1.2	Aço Carbono API 5L X65 PSL2	6
3.2	LAMINAÇÃO CONTROLADA	7
3.3	TRATAMENTOS TÉRMICOS EM AÇOS API 5L	9
3.4	CORROSÃO	11
3.4.1	Tipos de corrosão	14
3.5	RUGOSIDADE SUPERFICIAL	16
4	MATERIAIS E MÉTODOS	18
4.1	MATERIAIS	18
4.2	MÉTODOS	20
4.3	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS	25
4.3.1	Caracterização Microestrutural	25
4.3.2	Análise Microscópica	26
4.3.3	MEV	26
4.3.4	Microdureza	27
4.3.5	Ensaio de corrosão	28
4.3.6	Rugosidade Superficial	30
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	31
5.1	Caracterização DAS AMOSTRAS COMO RECEBIDAS (CR)	31
5.1.1	Análise de inclusão	33

8.	REFERÊNCIAS	. 53
7	SUGESTÃO TRABALHOS FUTUROS	. 52
6	CONCLUSÃO	. 51
5.6	RUGOSIDADE SUPERFICIAL COM AMOSTRAS POLIDAS	. 48
5.5	ANÁLISE EM NÉVOA SALINA	. 40
5.4	MICRODUREZA VICKERS	. 39
5.3	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS TRATADAS TERMICAMENTE	. 36
5.2	MICRODUREZA VICKERS	. 35

1 INTRODUÇÃO

Comparando-se com outros meios de transporte de massa, o baixo custo e a segurança fazem com que o sistema de dutos seja o mais utilizado para o transporte de certos fluidos, como petróleo, óleo e água. Para que a qualidade e a segurança operacional e ambiental sejam asseguradas, existem normas internacionais que regulamentam a produção de dutos, que são as normas API (American Petroleum Institute).

Aços API da classe 5L são do tipo ABRL (Alta Resistência e Baixa Liga), também conhecidos como aços microligados por possuírem elementos de liga em pequenas proporções, geralmente nióbio, titânio, vanádio, ou ambos, possibilitando melhor controle microestrutural e, consequentemente ganhos significativos nas propriedades mecânicas (GUIMARÃES, 1997).

A maioria dos materiais apresenta algum tipo de interação, seja em maior ou menor grau, com um grande número de ambientes diferentes. Com frequência, tais interações comprometem a utilidade de um material como resultado da deterioração de suas propriedades mecânicas, de outras propriedades físicas ou de sua aparência. (CALLISTER, 2007).

A corrosão é um processo espontâneo que ocorre na maioria dos materiais utilizados na indústria e no cotidiano. O aço é um dos materiais mais utilizados nestes setores, que tem sido alvo de várias alterações e melhorias com a finalidade de ampliar sua aplicabilidade, atendendo as necessidades da sociedade e da indústria, visando uma melhor conformação e resistência mecânica. Entretanto, este tipo de material apresenta uma tendência natural aos processos de corrosão, uma vez que as ligas ferrosas em geral tendem a voltar ao seu estado de menor energia, promovendo a formação de óxido de ferro (GENTIL, 2003).

Segundo Itman (2010) as perdas econômicas causadas pela corrosão têm sido estimadas, sendo que em países desenvolvidos o custo atinge patamares de 3,5% do PIB o que representa no caso dos EUA o montante de US\$ 300 bilhões. Estes custos relacionam-se principalmente com perda de eficiência, contaminação de produtos e os relacionados com manutenção e substituição de equipamentos. Questões ainda como a poluição ambiental e segurança do trabalho são consequências de possíveis danos causados pela corrosão (GENTIL, 2003).

Em um ambiente empresarial moderno, as empresas de sucesso não podem tolerar grandes falhas por corrosão, especialmente aquelas envolvendo lesões, fatalidades, paralisações não programadas e contaminações ambientais. Por esta razão, esforços consideráveis são geralmente realizados para o controle da corrosão na fase de projeto e durante o período operacional. (ROBERGE, 2008).

De acordo com Gentil (2003) outro motivo para o desenvolvimento de alternativas viáveis para a prevenção da corrosão vem da necessidade de contornar as perdas e manter o bom funcionamento do material em sua aplicação.

Com o desenvolvimento tecnológico exige-se uma busca contínua de novos materiais e novos métodos de fabricação que aperfeiçoem a eficiência dos mesmos em serviço e assegurem um processamento econômico e aprimorado, visto que os materiais são submetidos a condições cada vez mais extremas e agressivas quanto ao desgaste, corrosão, oxidação e fadiga (SOUZA, 2018).

Segundo Mariano *et. al.* (2006), o uso de ferrita delta e o aumento da concentração de íons de cloreto em aços inoxidáveis a fim se obter martensita altamente homogênea auxilia na resistência a corrosão. Ou seja, com a adição de determinados elementos ou a alteração da microestrutura do metal obtêm-se uma melhor condição física e química deste material perante condições ambiente. No caso, o superaquecimento do metal, em conjunto à adição de elementos pré-estabelecidos, resultam na alteração da concentração total do composto, o que por sua vez proporciona uma estrutura diferente no resfriamento. Neste sentido, pode-se afirmar que a utilização de tratamentos térmicos adequados pode ser uma das técnicas empregadas para ampliar a resistência a corrosão dos aços.

Desta forma, considerando a importância de ampliar a resistência a corrosão de materiais empregados no setor naval, buscou-se, neste trabalho fazer um estudo comparativo da influência de tratamentos térmicos em água e ao ar em aço API 5L X65 PSL2, na resistência a corrosão deste material largamente empregado no setor naval para a fabricação de dutos (*risers*).

2 OBJETIVO GERAL

Avaliar a resistência à corrosão do aço API 5L X65 PSL2 após tratamentos térmicos distintos.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Definir os parâmetros para o tratamento térmico em forno do aço API 5L X65 PSL2;
- Avaliar a eficiência do tratamento térmico de têmpera com relação à resistência à corrosão;
- Realizar análise microestrutural dos aços após tratamento térmico de têmpera comparando com o aço sem tratamento;
- Realizar análise de microdureza e investigar a influência do tratamento térmico de têmpera nesta propriedade;
- Avaliar a rugosidade do material antes e após ensaio de corrosão e correlacionar com sua resistência a corrosão.
- Comparar o resfriamento em água e ao ar na resistência a corrosão do aço.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é apresentado um levantamento bibliográfico dos principais conceitos estudados no trabalho, como os processos de tratamento térmico empregados, corrosão e rugosidade superficial.

3.1 AÇOS DE ALTA RESISTÊNCIA E BAIXA LIGA

Com o crescimento mundial do consumo de energia, foi necessária a exploração de novas fontes de óleo e gás, principalmente em regiões remotas e com condições climáticas adversas. A necessidade de se transportar economicamente quantidades crescentes destes recursos tornou comum a utilização de dutos de grandes diâmetros e espessuras de paredes grossas, operando sob altas pressões. Isto levou a um aumento na demanda por aços estruturais de alta resistência e boa tenacidade em baixas temperaturas, tais como os aços de Alta Resistência e Baixa Liga (GENTIL, 2003).

Os aços classificados como de alta resistência e baixa liga, possuem teor de carbono inferior a 0,3% e baixo teor de elementos liga. Estes aços possuem aspectos físicos, químicos e econômicos que levaram seu emprego em tubulações de longos trechos (CRUZ *et. al,* 2012).

Segundo Muniz *et al.* (2015), algumas propriedades são esperadas para tais materiais, como, alta resistência mecânica, tenacidade à fratura significativa em baixas temperaturas, boa soldabilidade, alta resistência à corrosão e oxidação.

Estes aços são amplamente utilizados pela indústria de óleo e gás, e devem atender a um conjunto de padrões especificados pela American Petroleum Institute (API). Essas normas unificam os requisitos para o fornecimento de tais aços (PORTO, 2010).

Até os anos 70, os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL), eram produzidos pelo processo de laminação a quente seguida de normalização. Nos anos 70, a laminação a quente e a normalização foram aperfeiçoadas pelo tratamento termomecânico, onde possibilitou o desenvolvimento de aços microligados com nióbio e vanádio. Essa evolução no processamento, consistindo de tratamento termomecânico com subsequente resfriamento acelerado, possibilitou a produção de aços mais resistentes, com menor teor de carbono e excelente tenacidade e soldabilidade (HILLEBRAND, 2002). A Figura 1 esquematiza a evolução da fabricação dos aços da classe API 5L.



Figura 1 - Desenvolvimento dos aços microligados tipo API ao longo do tempo.

Fonte: Adaptado de HILLEBRAND (2002).

Estes aços são classificados de acordo com sua composição química e resistência mecânica seguindo a norma API 5L. Os vários graus dos aços para tubos especificados pela norma podem ser classificados como aços ARBL (AKSELSEN 1990).

3.1.1 Normas API

A norma API é subdividida em dois tipos de aplicações: extração e produção de óleo e gás de petróleo e transporte de gás, óleo e água. O aço empregado no presente trabalho é voltado ao transporte de fluidos, sendo classificado, de acordo com a Norma API nos graus B, X42, X46, X52, X56, X60, X65, X70, X80, X90, X100 e X120. Estes graus são definidos pelo limite de escoamento mínimo requerido pelo tubo em ksi. Com exemplo o aço API 5L X65 possui como limite de escoamento mínimo 65 ksi. A especificação dos aços API é estabelecida em dois níveis de especificação de produtos: PSL1 e PSL2. O nível de especificação técnica PSL1 determina os padrões de qualidade para as linhas de tubulação. Já o nível PSL2, apresenta condições mandatórias e adicionais a respeito da composição química, ductilidade, propriedades de resistência e testes adicionais não destrutivos.

Para graus superiores ao X65, a norma estabelece que o nível de especificação de produtos a ser utilizado é o PSL2, sendo, portanto mandatório o atendimento aos requisitos de carbono equivalente, tenacidade, limite de escoamento máximo e limite de resistência máximo. (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2004).

3.1.2 Aço Carbono API 5L X65 PSL2

O aço API 5L X65 PSL2 é amplamente utilizado como uma das formas mais econômicas e seguras de transporte de petróleo e gás, entretanto, há um significativo número de acidentes causados por falhas em dutos neste tipo de material decorrente, principalmente, de processos de corrosão (OLIVEIRA *et al*, 2017).

O foco no aumento da resistência a corrosão destes aços proporciona um menor consumo de material, permitindo também, o transporte de gás em maiores pressões. Estes aços compreendem um grupo específico, especialmente desenvolvido para fornecer propriedades mecânicas superiores aos aços convencionais (OGATA *et. al*, 2008).

As jazidas de petróleo e gás contêm altas quantidades de sulfeto de hidrogênio (H_2S) e gás carbônico (CO_2) formando uma solução altamente corrosiva, sendo que as estruturas expostas a estes meios são mais suscetíveis a sofrer corrosão (AVILÉS *et. al*, 2018).

Os dutos de transportes são geralmente construídos em aços como X65 e X70, sendo geralmente enterrados no solo, que é um ambiente de corrosão complexo, onde as taxas e padrões de corrosão são afetados por vários fatores, como o tipo de partícula do solo, umidade e salinidade (VARELA *et al*, 2013).

O material utilizado no presente trabalho é o aço API 5L X65 PSL2, fornecido pela empresa Usiminas. A composição química e as propriedades mecânicas deste material são apresentadas na Tabela 1, 2 e 3.

С	Mn	Р	S	Si	Al	Nb+Ti+V	Ν	
0,095	1,49	0,018	0,002	0,23	0,044	0,1% Max	0,005	

Tabela 1 - Composição química (% em peso) do aço API 5L X65.

Fonte: USIMINAS (2020).

Tabela 2 - Propriedades mecânicas do aço API 5L X65 obtidas por ensaios de tração.

Ensaio	Temperatura de ensaio (°C)	Limite de Escoamento (Mpa)	Limite de resistência (Mpa)	Alongamento (%)	Razão elástica
Tração (transversal)	23	526	613	37,8	0,86

Fonte: USIMINAS (2020).

Ensoio	Temperatura de	Profundidade de Energia		Área dúctil (%)			
LIISalo	ensaio (°C)	entalhe (mm)	Absorvida (J)		a (J)	Area udetti (70)	
Impacto			134	161	157		
Charpy	0	2				37,8	
(transversal)			Média 150,7		50,7		

Tabela 3 - Propriedades mecânicas do aço API 5L X65 obtidas por ensaio de impacto Charpy.

Fonte: USIMINAS (2020).

3.2 LAMINAÇÃO CONTROLADA

Os aços ARBL são produzidos pelo processo de laminação controlada. O processo consiste em laminar o aço a quente com passes controlados seguido de resfriamento acelerado ou ao ar, sendo a microestrutura final dependente da forma como este tratamento é conduzido. O processo está ilustrado esquematicamente Figura 2.





Fonte: Adaptado de HILLENBRAND (2001).

O processo de laminação controlada permite diminuir significativamente o tamanho de grão da austenita, que promove após sua transformação uma microestrutura ferrítica refinada, conferindo elevada tenacidade ao produto final (GORNI, 1999).

O processo de laminação controlada ocorre em três etapas. A primeira ocorre em temperaturas da ordem de 1200°C com a deformação da austenita. A cada passe, a austenita deformada se recristaliza e promove o refino de grão pela combinação de ciclos sucessivos de deformação e recristalização. A etapa seguinte de laminação ocorre em temperaturas intermediárias, por volta de 900°C, onde não mais ocorre a recristalização da austenita, preservando assim a microestrutura no estado deformado. A austenita deformada sofre encruamento, o qual se acumula à medida que os passes de laminação são realizados aumentando o número de sítios disponíveis para a nucleação da ferrita (PLAUT *et al, 2009*). A temperatura de recristalização da austenita aumenta nestes materiais pela adição de microligantes, principalmente o nióbio. Na última etapa, já em temperaturas mais baixas, a microestrutura consiste de grãos de ferrita e austenita deformados. A austenita ainda não transformada sofre um encruamento adicional, criando ainda mais sítios de nucleação para a ferrita, além de uma microestrutura de grãos bastante refinada. A ferrita também encrua promovendo um aumento da resistência do material (PLAUT *et al., 2009*).

A última fase consiste no resfriamento acelerado que produz uma microestrutura bastante fina composta de ferrita, bainita e/ou martensita. Para um resfriamento convencional (ao ar) a microestrutura final típica encontrada para estes aços consiste de ferrita e perlita.

O tamanho de grão final da ferrita depende da taxa de nucleação e do crescimento da ferrita na austenita, bem como da composição química do material. Segundo Cuddy (1982) os elementos de liga influenciam na temperatura de recristalização da austenita. Esses elementos elevam a temperatura de não recristalização da austenita, permitindo que a laminação seja efetuada em temperaturas mais elevadas com menor desgaste dos cilindros de laminação, além de permitir que seja mantida a estrutura de grãos deformados nesta temperatura. A Figura 3 mostra a influência dos elementos microligantes na temperatura de recristalização da austenita.



Figura 3 - Influência da adição de microligantes na recristalização de austenita.

3.3 TRATAMENTOS TÉRMICOS EM AÇOS API 5L

A humanidade há milhares de anos descobriu os metais e as aplicações destes em seu cotidiano. Além disso, observou que com aquecimento e resfriamento controlado, era possível modificar as propriedades mecânicas e metalúrgicas destes materiais, tornando-os mais duros, trabalháveis, dúcteis, resistentes ou frágeis (VALE, 2011).

Sant'Anna (2006) avaliou as propriedades mecânicas e a microestrutura do aço API 5L X65 após tratamentos térmicos distintos. Amostras foram preparadas para realização do tratamento térmico de normalização (940°C por 30, 40 e 50 minutos) e homogeneização (990°C por 162 minutos), ambos com encharque de 15 minutos, seguido de tratamento térmico intercrítico (780°C por 20 minutos com diferentes taxas de resfriamento). Ensaios de dureza Vickers utilizando 20 kgf foram realizados nas amostras na condição de recebimento e nas tratadas termicamente: amostras homogeneizadas e normalizadas, em comparação com as amostras recebidas, apresentaram menores valores de dureza por resultarem em grãos maiores, como demonstrados por Ogata *et. al.* (2009), enquanto que nas amostras que sofreram tratamentos térmicos intercríticos verificou-se uma redução nos valores de dureza em virtude da formação de microestruturas menos duras como bainita e perlita em menores taxas de resfriamento. Nos ensaios de tração, o limite de escoamento e a resistência à tração

das amostras homogeneizadas e normalizadas foram menores do que das amostras recebidas, enquanto a maior taxa de resfriamento resultou nos melhores desempenhos mecânicos (limite de escoamento e de resistência à tração) nas amostras submetidas ao tratamento intercrítico.

Oliveira (2014) realizou têmpera (com resfriamento em água) e revenido em tubos de aço API 5L X65 com composições semelhantes de dois fabricantes diferentes (Fabricante 1 e 2) para analisar o efeito dos tratamentos térmicos nos ensaios de tração e dureza. Inicialmente, algumas amostras foram temperadas a 920°C e outras a 960°C, com diferentes taxas de aquecimento para completa homogeneização das amostras. Em seguida, as amostras foram resfriadas em água e revenidas em três temperaturas diferentes: 550°C, 600°C e 650°C. Ensaios de tração foram realizados para conferir a influência dos tratamentos térmicos. As amostras recebidas e tratadas por têmpera e revenido dos dois fabricantes possuíam os limites de escoamento e resistência à tração conforme determinado pela norma API 5L (2012).

Avilés (2018) investigou a microestrutura e a resistência à corrosão em uma solução desaerada, sem e com saturação com H₂S, de dois aços API 5L X65, contendo diferentes teores de Mn e Nb. As análises por MO e MEV mostraram que os dois aços apresentaram microestruturas semelhantes, constituída por matriz ferrítica, com presença de microconstituinte M/A (Martensita/Austenita) e ilhas de perlita, e com a presença de inclusões, tipo D-globular oxide Sulfides-série fina, homogeneamente distribuídas na matriz. Os resultados dos ensaios eletroquímicos mostraram que o aço API 5L X65B (aço experimental) apresentou resistência à corrosão ligeiramente superior ao aço API 5L X65A.

Macedo (2020) estudou as propriedades mecânicas, químicas e microestruturais dos aços API 5L X70MS (sour service) e API 5L X70MO, de modo a avaliar susceptibilidade à fragilização por hidrogênio desses materiais quando expostos a diferentes ambientes contendo H₂S. Os resultados mostraram que o aço API 5L X70MS apresentou composição química, propriedades mecânicas e microestruturais adequadas e não apresentou susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio. No entanto, o aço API 5L X70MO utilizado como comparativo apesar de também apresentar propriedades mecânicas dentro dos limites especificados pela norma API 5L (2018), não apresentou composição química e microestrutural adequada para aplicações sour service e se mostrou susceptível à fragilização por hidrogênio.

Nunes (2016) estudou a interferência da temperatura de revenimento na deteriorização por corrosão do aço API 5L X70 em solo quimicamente tratado. Para tal, realizaram-se estudos e avaliaram-se as variantes que interferem no processo de corrosão como a microestrutura, fragmentação, entre outros. Para condução destes estudos, tratamentos

térmicos de têmpera e revenimento, ensaios mecânicos, ensaios metalógraficos e ensaios de corrosão foram realizados. Foi possível comprovar que o tratamento térmico proposto interferiu, sim, na corrosão reduzindo a perda de massa e mantendo a taxa de corrosão menor que 5 mpy. Os aços que possuem taxa de corrosão menor que 5mpy podem ser considerados bons para serem usados nos meios que foram testados.

O tratamento térmico de têmpera abrange um conjunto de operações de aquecimento e resfriamento a que são submetidos os materiais metálicos, sob condições controladas de temperatura, velocidade de resfriamento e atmosfera, conferindo ao material um aumento da dureza e consequentemente da resistência mecânica.

A têmpera objetiva a formação de uma fase chamada martensita, que é dura e frágil, sendo realizada por meio de um resfriamento rápido, a partir de uma temperatura onde exista 100% de austenita, que é dependente da composição do aço (MACHADO, 2002).

A resistência à corrosão de um material com uma determinada composição é determinada por sua microestrutura. Consequentemente, é de extrema importância entender como a têmpera afeta a microestrutura dos materiais, a fim de conceber tratamentos capazes de otimizar suas propriedades. (VILAR, 2012).

3.4 CORROSÃO

Os aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL) são um dos aços mais utilizados nos sistemas de dutos para o transporte de fluidos, como petróleo, água e óleo. Nestas condições os materiais são expostos a condições extremamente agressivas, tornando-os suscetíveis aos danos provocados pela corrosão, comprometendo as propriedades mecânicas e o desempenho das tubulações.

Corrosão é a deterioração de um material, geralmente metálico, por ação química ou eletroquímica do meio ambiente aliada ou não a esforços mecânicos. A deterioração causada pela interação físico-química entre o material e o seu meio operacional representa alterações prejudiciais indesejáveis, sofridas pelo material, tais como desgaste, variações químicas ou modificações estruturais, podendo torná-lo inadequado para o uso. (GENTIL, 2003).

Embora a corrosão seja associada à destruição de materiais, deve-se considerar que a formação de uma camada de óxido sobre um metal nem sempre é desfavorável. O óxido pode ser protetor, agindo como uma barreira que impede o contato entre o metal e o ambiente que o cerca (MASFELD *et al.* 1982).

Sendo a corrosão, em geral, um processo espontâneo, está constantemente transformando os materiais metálicos de modo que a durabilidade e desempenho dos mesmos deixam de satisfazer os fins a que se destinam.

Observa-se que cada metal, ou liga, apresenta uma resistência maior ou menor a corrosão, o que está relacionada com suas características internas e com o meio ao qual está inserido. Pode-se dizer que algumas combinações entre metais e meios corrosivos são demasiadamente prejudiciais (ROCHA, 2011).

De acordo com Gentil (2003), o desenvolvimento de alternativas viáveis para a prevenção da corrosão vem da necessidade de contornar as perdas e manter o bom funcionamento do material em sua aplicação. Segundo Pierre muitos acreditam que a corrosão é um inimigo universal que deve ser aceito como um processo inevitável. Na verdade, algumas coisas podem e devem ser feitas para prolongar a vida útil das estruturas e componentes metálicos expostos aos ambientes. À medida que produtos e processos de fabricação se tornaram mais complexos e as penalidades por falhas de corrosão, incluindo riscos de segurança e interrupções nas operações da planta, tornaram-se mais caras e mais especificamente reconhecidas, a atenção dada ao controle e prevenção da corrosão aumentou.

Para que o processo de corrosão possa ser entendido, alguns conceitos básicos devem ser analisados. Segundo Callister (2007) nos metais, o processo de corrosão é geralmente eletroquímico, que consiste em uma reação química na qual há uma transferência de elétrons de uma espécie química para a outra. Caracteristicamente, os átomos dos metais perdem ou cedem elétrons, conhecida como reação de oxidação, ocorrendo no anodo. Como exemplo, um metal hipotético M com uma valência n (ou n elétrons de valência) pode sofrer oxidação de acordo com a Equação 1:

$$\mathbf{M} \to \mathbf{M}^{\mathbf{n}^+} + \mathbf{n}\mathbf{e}^{-1} \tag{1}$$

Em que M torna-se um íon carregado positivamente n+, que nesse processo perder seus n elétrons de valência, sendo e⁻ usado para simbolizar um elétron. Um exemplo real de oxidação de um metal está demonstrado na Equação 2:

$$Fe \rightarrow Fe^{2+} + 2e^{-}$$
 (2)

Dois eletrodos separados, por um eletrólito, constituem uma célula eletroquímica. Paralelamente ao processo de oxidação do metal, ocorre uma reação de redução, como consumo dos elétrons gerados pela reação de oxidação do metal (SILVA, 2010). Estes elétrons gerados de cada átomo de metal que é oxidado devem ser transferidos para outra espécie química e tornar-se parte dela, no que é denominada reação de redução.

A corrente de corrosão pode ocorrer não somente pela união de metais com diferentes potenciais, mas em um mesmo metal, havendo fluxo de elétrons entre áreas anódicas (da onde sai à corrente) e áreas catódicas (onde entra à corrente) (GENTIL, 2003).

A pilha cuja corrente ocorre devido à diferença de potencial entre as áreas anódicas e catódicas (em um único metal ou não) é denominada pilha galvânica. Como exemplo de outros tipos de pilha pode-se citar (GENTIL, 2003) alguns metais que sofrem corrosão em soluções ácidas, as quais apresentam concentrações elevadas de íons hidrogênio (H^+), os íons H^+ são reduzidos, liberando gás hidrogênio (H_2), como pode ser observado na Equação 3.

$$2\mathrm{H}^{+} + 2\mathrm{e}^{-} \to \mathrm{H}_{2} \tag{3}$$

Outras reações de redução são possíveis, dependendo da natureza da solução à qual o metal é exposto. Para uma solução ácida contendo oxigênio dissolvido, provavelmente ocorrerá uma redução conforme a Equação 4:

$$O_2 + 4H^+ + 4e^- \rightarrow 2H_2O \tag{4}$$

Ou para soluções aquosas neutras ou básicas nas quais também há oxigênio dissolvido, como apresenta a Equação 5 abaixo:

$$O_2 + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4(OH^-)$$
(5)

O local onde ocorre redução é chamado de catodo. Além disso, é possível que haja simultaneamente duas ou mais das reações de redução precedentes.

Uma reação eletroquímica global deve consistir em pelo menos uma reação de oxidação e uma de redução. Não pode haver acúmulo líquido de cargas elétricas dos elétrons, ou seja, todos os elétrons gerados na oxidação devem ser consumidos na redução.

3.4.1 Tipos de corrosão

A caracterização da morfologia, ou seja, do aspecto da corrosão, auxilia a determinação das técnicas de prevenção a serem aplicadas. As formas segundo as quais a corrosão pode manifestar-se são definidas principalmente pela aparência da superfície corroída, sendo as principais, mostradas na Figura 4, em alguns casos práticos com diferentes morfologias do processo corrosivo (POLIPO, 2006):



Figura 4 - Tipos mais comuns de corrosão.

Fonte: ABRACO (2003).

Para entendimento dos mecanismos de corrosão, é necessário considerar as características do material, o meio corrosivo e as solicitações mecânicas aplicadas. As combinações desses fatores podem provocar diferentes tipos de corrosão e todos eles devem ser considerados (GENTIL, 2003).

No aço API em estudo, por se tratar de um aço muito utilizado em dutos, que geralmente estão enterrados ou em ambientes salinos, as ocorrências de corrosão mais comuns nesse meio corrosivo são devido à água ou ao solo.

Em tubulações enterradas em solos contendo sulfato observa-se a ocorrência de corrosão por micro-organismos, destacando-se as bactérias redutoras de sulfato, as oxidantes

de enxofre, as oxidantes de ferro, as formadoras de limo e alguns tipos de algas e fungos. Estes micro-organismos podem influir diretamente na velocidade de reações anódicas e catódicas, formar pilhas de aeração diferencial pelo aparecimento de tubérculos e originar meios corrosivos através do seu metabolismo. (GENTIL, 2003).

Rodrigues (2006) simulou a corrosão no solo de aços API 5L em soluções contendo sulfato com adições de substâncias húmicas extraídas de um solo turfoso, assim como a corrosão em condições laboratoriais deste aço em sete tipos distintos de solos coletados no Estado do RS e regiões onde atualmente passam dutos, bem como seus extratos aquosos. A corrosão do aço API em todas as três situações acima descritas ocorrem por pites associados a inclusões complexas contendo sulfetos. Verificou-se que o ácido húmico promove a corrosão localizada do aço em meio de solo simulado enquanto o ácido fúlvico inibe a corrosão localizada e diminui a corrente de passivação.

Os dutos enterrados também estão submetidos às tensões impostas pelo solo. As tensões podem ter origem na movimentação do solo ou pelo próprio peso do solo acima do duto. No estudo realizado por Junior (2020) analisou-se a caracterização de trincas de corrosão sob tensão no aço API 5L X65, concluindo-se que se tratava de um caso de corrosão sob tensão transgranular.

A corrosão por CO₂ (corrosão doce) e a corrosão por H₂S (corrosão ácida) em meio aquoso também representam um dos problemas mais graves dos aços API. A corrosão por CO₂ é um dos principais desafios para garantia de integridade dos dutos e se manifesta como corrosão uniforme e corrosão localizada, pois quando em ambiente salino o CO₂ reage e forma ácido carbônico, causando forte impacto no processo de corrosão (COONEY, 2015). No estudo de Silva (2019) o principal foco foi entender como a presença de produtos de corrosão (Fe₃C) ou filmes de superfície (FeCO₃ ou FeS) influenciam na permeação de hidrogênio e no mecanismo de trincamento do aço API 5L X65 em ambiente salino saturado com CO₂ ou com a mistura de CO₂ com baixo teor de H₂S. Para isso, testes de permeação de hidrogênio e de tração sob baixa taxa de deformação (BTD) foram realizados em ambiente de CO₂, nas condições de superfície original, rica em Fe₃C e com filme de FeCO₃. Os resultados mostraram que em meio de CO₂ a maior perda de ductilidade ocorreu para a superfície rica em Fe₃C.

Gravalos (2010) investigou a relação da resistência à corrosão por pite e a rugosidade em superfícies usinadas do aço inoxidável superaustenitico ASTM A744. Eles observaram que há um aumento de perda de massa e da concentração por pites por unidade de área e este é influenciado pelo aumento da rugosidade superficial.

Um dos efeitos da corrosão é a elevação da rugosidade superficial do material, sendo o seu entendimento é fundamental para verificar a eficiência dos processos empregados para elevar a resistência a corrosão. Uma superfície com o acabamento o mais liso possível reduz o potencial para a formação de pites (RAMANATHAN, 1998). Por esse motivo é importante acompanhar a modificação superficial do material a ser estudado, a fim de relacionar a essas mudanças causadas devido à oxidação gerada durante o processo.

3.5 RUGOSIDADE SUPERFICIAL

Rugosidade superficial, por definição, é um conjunto de irregularidades, consistindo de pequenas saliências e reentrâncias que caracterizam o acabamento superficial de um material (SHAPA, 2000). Segundo Amorim (2002) a rugosidade desempenha um papel importante no comportamento dos componentes mecânicos, que influem na:

- precisão e tolerância;
- qualidade de deslizamento;
- resistência ao desgaste;
- possibilidade de ajuste do acoplamento forçado;
- resistência oferecida pela superfície ao escoamento de fluidos e lubrificantes;
- qualidade de aderência que a estrutura oferece às camadas protetoras;
- resistência à corrosão e à fadiga;
- vedação;
- aparência.

Dentre os diversos métodos para avaliar a integridade de uma superfície a rugosidade é a mais largamente aplicada (ULUTAN, 2011). A análise da corrosão, por exemplo, pode ser feita por meio da avaliação da rugosidade superficial.

Como mencionado anteriormente, para que ocorra a corrosão é necessário o contato da parte metálica com um meio corrosivo. Tendo isso em vista, surge outro parâmetro a ser avaliado: a superfície do material. É comum assumirmos que uma superfície é plana e sem imperfeições por falta de imperfeições visíveis a olho nu, porém, quando tratamos de fenômenos de nível microscópico como a corrosão, torna-se necessário analisar a rugosidade superficial de forma mais detalhada.

Durante o transporte do fluido o duto sofre um desgaste natural provocado pelo ambiente em que está exposto deixando sua superfície mais rugosa. Como a corrosão é um fenômeno de superfície, com o tempo acaba formando uma camada entre o metal e o fluido. Essa camada pode ser protetora isolando o metal do fluido, mas se a camada for removida acaba formando pontos de corrosão.

Em seu estudo sobre o efeito do acabamento superficial na corrosão de aço carbono em ambiente de CO₂, Asma (2011) relatou que, de forma geral, a taxa de corrosão em superfícies rugosas é maior do que em superfícies lisas.

Tal estudo evidencia a importância da correlação entre o acabamento superficial e a aplicação ao qual o material se destina, visto que as maiorias dos materiais metálicos acabam, inevitavelmente, sofrendo desgastes ao longo de sua utilização que alteram a rugosidade superficial. Logo, faz-se necessário investigar o acabamento superficial e o seu comportamento em um meio corrosivo.

A rugosidade média (Ra) contempla um valor médio de todos os desvios de rugosidade em de uma linha reta no comprimento de avaliação, independente da orientação vertical. Essa característica impede a utilização do valor da rugosidade Ra para determinar se os desvios são picos ou vales, mas também indica que desvios individuais como riscos ou picos muito grandes afetam significativamente o valor de Ra (Figura 5).



Figura 5 - Desvio médio aritmético do perfil avaliado.

Fonte: CASTILLO (2005).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, são apresentados os materiais e as técnicas empregadas no desenvolvimento do presente trabalho.

4.1 MATERIAIS

O material estudado neste trabalho foi o aço API 5L X65 PSL2 frequentemente empregado na fabricação de dutos para transportes de óleo e gás. O aço foi produzido e doado pela empresa USIMINAS. A partir de uma barra de aço, foram confeccionadas amostras com espessura de 10 mm, para realização dos tratamentos térmicos de têmpera e normalização. A Figura 6 ilustra o material doado pela empresa.

Figura 6 – Imagem ilustrativa da amostra do aço API 5L X65 PSL2 utilizada no trabalho.



Fonte: O Autor (2022).

Após o corte, as amostras foram desbastadas, de forma a retirar a camada de óxido presente na superfície, obtendo-se 9 amostras, que podem ser observadas na Figura 7.



Figura 7 - Amostras do aço API 5L X65 PSL2.

Fonte: O Autor (2022).

Estas amostras foram caracterizadas quanto à microestrutura no estado de fornecimento, sendo posteriormente submetidas ao tratamento térmico no forno. A temperatura aplicada no tratamento foi a de austenitização do material. Após o tratamento térmico foi realizado o ensaio de corrosão nas amostras, utilizando o processo de névoa salina, com subsequente medida dos valores de rugosidade superficial.

O forno utilizado para a realização dos tratamentos térmicos é do Laboratório LACTEME do Instituto SENAI de Inovação a Laser, em Joinville. As amostras foram inseridas em um forno do tipo mufla da marca JUNG demonstrado na Figura 8, utilizado em processos térmicos, que pode atingir uma temperatura máxima 1200°C.



Figura 8 - Forno de tratamento térmico utilizado no trabalho.

Fonte: O Autor (2022)

4.2 MÉTODOS

Na Figura 9 é apresentada, de forma esquemática, a metodologia empregada na execução do presente trabalho.

Figura 9 – Esquema para realização do trabalho experimental.



Fonte: O Autor (2022).

No presente trabalho avaliou-se a resistência à corrosão do aço API 5L X65 PSL2 após o tratamento térmico de têmpera e normalização, de maneira que os resultados obtidos pudessem ser reproduzidos na indústria. Os tratamentos foram conduzidos à mesma temperatura, diferindo-se o meio de resfriamento.

As amostras foram aquecidas até a temperatura de austenitização (950°C) durante 60 minutos. Três amostras foram resfriadas em tanque contendo água, e as outras três amostras resfriadas ao ar, até que as seis amostras atingissem a temperatura ambiente. A Figura 10 ilustram a curva de aquecimento e subsequente resfriamento, empregadas durante o procedimento de têmpera em água (Figura 10 a) e normalização (Figura 10 b).



Figura 10 - Ciclo térmico do processo de (a) têmpera em água e (b) normalização.

Fonte: Adaptado de Silva (2010).

Na Tabela 4 são apresentados os parâmetros do tratamento térmico utilizada no trabalho.

Tratamento Térmico								
	Austenitização	Tratamento Térmico						
Amostra	T (°C)	t (min)						
1,2 e 3	950	60	Em água					
4,5 e 6	950	60	Ao ar					

Tabela 4 - Parâmetros utilizados nos processo.

Fonte: O Autor (2022).

No processo de têmpera em água, verificou-se a temperatura antes e após a inserção das amostras, sendo que inicialmente a água encontrava-se a 24,8°C e após a imersão das amostras a 44°C. Após o completo resfriamento das amostras, as mesmas foram seccionadas para caracterização microestrutural e as demais partes preparadas para a realização do ensaio de corrosão, estas amostras são demonstradas na Figura 12.



Figura 11 – Imagem ilustrativa das amostras após tratamento térmico.

Fonte: O Autor (2022).

Para realizar o ensaio de corrosão primeiramente se realizou a retirada dos óxidos presentes na superfície decorrente do tratamento realizado. O procedimento foi feito através do lixamento das amostras através da lixadeira elétrica, onde são utilizadas lixas em sequência de granulometria #120, #220, #400, #600, #800 e #1200. Posteriormente ao lixamento, as superfícies das amostras foram polidas para minimizar os riscos e imperfeições da superfície utilizando um pano para polimento com pasta de diamante para acabamento final.

A Figura 13 ilustra as amostras com as seguintes siglas que serão utilizadas no decorrer do trabalho:

- 1 AG: 1º Amostra Resfriada em Água;
- 2 AG: 2° Amostra Resfriada em Água;
- 3 AG: 3° Amostra Resfriada em Água;
- 1 AR: 1° Amostra Resfriada ao Ar;
- 2 AR: 2° Amostra Resfriada ao Ar;
- 3 AR: 3º Amostra Resfriada ao Ar;
- 1 CR: 1° Amostra Como Recebida;
- 2 CR: 2° Amostra Como Recebida;
- 3 CR: 3° Amostra Como Recebida.



Figura 12 – Imagem ilustrativa das amostras após processo de polimento.

Fonte: O Autor (2022).

Para ter visualização da superfície das amostras, utilizou-se o microscópio estereoscópio da Marca ZEISS, modelo Discovery, localizado no Instituto Senai de Inovação a Laser, a fim de analisar o avanço da corrosão durante o ensaio. Imagens ilustrativas da superfície das amostras podem ser vistas nas Figuras 14,15 e 16.

Figura 13 – Imagem das amostras antes do processo corrosivo obtidas pela técnica de microscopia estereoscópica com ampliação de 100x, (a) Amostra 1 AG; (b) Amostra 2 AG; (c) Amostra 3AG.



(c) Fonte: O Autor (2022).

Figura 14 - Imagem das amostras antes do processo corrosivo obtidas pela técnica de microscopia estereoscópica com ampliação de 100x, (a) Amostra 1 AR; (b) Amostra 2 AR; (c) Amostra 3AR.



(c) Fonte: O Autor (2022).

Figura 15 - Imagem das amostras antes do processo corrosivo obtidas pela técnica de microscopia estereoscópica com ampliação de 100x, (a) Amostra 1 AR; (b) Amostra 2 AR; (c) Amostra 3AR.





4.3 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS

Esta seção tem por objetivo apresentar de maneira clara as etapas e processos utilizados nesse trabalho para análise das amostras.

4.3.1 Caracterização Microestrutural

Foram preparadas nove amostras, sendo três para o material como recebido e seis amostras tratadas. Na Figura 17, são apresentados os equipamentos utilizados para desenvolvimento do processo de preparação metalográfica. As amostras foram seccionadas em uma serra fita horizontal, ilustrada na Figura 17 (a). Logo após, foram embutidas a quente no equipamento Embutidor Digital BUEHLER, demonstrado na Figura 17 (b), utilizando a resina sintética baquelite.

O lixamento foram utilizadas lixas em sequência de granulometria #120, #220, #400, #600, #800 e #1200. Posteriormente ao lixamento, as superfícies das amostras foram polidas para minimizar os riscos e imperfeições da superfície utilizando um pano para polimento com pasta de diamante para acabamento final. Por fim, o ataque químico, finalizando com um jato de ar quente para secar. O agente químico responsável pelo ataque químico à superfície de estudo é o Nital 3,5%. Após a realização dos tratamentos, foram realizados os cortes transversais para a metalografia. O equipamento utilizado par ao lixamento e o polimento da amostra é demonstrado na Figura 17 (c).

Figura 16 – Imagem ilustrativa dos equipamentos utilizados no trabalho, (a) Serra de fita horizontal, (b) Embutidor Digital, (c) Lixadora e politriz.



(a)

(b) Fonte: O Autor (2022).



4.3.2 Análise Microscópica

Microscopia óptica da superfície das amostras após o preparo metalográfico, com ampliações de 100X, 200X, 500X e 1000X foram realizadas, fazendo uso de Microscópio ZEISS, modelo X10, do Laboratório LACTEME do Instituto Senai de Inovação a Laser, ilustrado na Figura 18. Esta análise foi realizada com o objetivo de analisar a microestrutura antes e após o tratamento térmico.

Figura 17 - Microscópio óptico ZEISS.



Fonte: O Autor (2022).

4.3.3 MEV

Após preparação metalográfica padrão e ataque com os reagentes adequados para revelar a microestrutura, as amostras foram submetidas à análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV). O MEV também possui a análise de espectropia por energia dispersiva (EDS) utilizada para realizar análise química de inclusões. O equipamento utilizado é da marca ZEISS EVO, modelo MA10, localizado no laboratório LACTEME do Instituto Senai de Inovação a Laser, ilustrado na Figura 19.

Figura 18 – Imagem ilustrativa do equipamento de Microscopia Eletrônica de varredura utilizada no trabalho.



Fonte: O Autor (2022).

4.3.4 Microdureza

Foi empregado nesta análise um microdurômetro digital da Marca Wolpert Instruments, modelo 400 series, localizado no laboratório LACTEME do Instituto Senai de Inovação a Laser, ilustrado na Figura 20, com penetrador piramidal de base quadrada, do tipo Vickers. A carga aplicada pode ser variada entre 5 e 1000g. Neste método, as impressões são sempre proporcionais à carga, para um mesmo material. Deste modo, o valor de dureza será o mesmo, independentemente da carga utilizada. Esta máquina não fornece o valor da área de impressão da pirâmide, mas permite obter, por meio de um microscópio acoplado, as medidas das diagonais formadas pelos vértices opostos da base da pirâmide. Visando determinar a variação da dureza ao longo das camadas submetidas ao tratamento, os perfis de microdureza foram levantados na direção da espessura da chapa (transversal).



Figura 19 - Microdurômetro utilizado na análise.

Fonte: O Autor (2022).

4.3.5 Ensaio de corrosão

A técnica empregada para a análise da resistência a corrosão em laboratório é conhecida como corrosão em névoa salina, ou salt-spray.

O ensaio de corrosão foi realizado no laboratório LACTEME, localizado no Instituto Senai de Inovação a Laser. O método para execução do ensaio e a determinação dos parâmetros do ensaio em névoa salina se baseou-se na norma ASTM B 117, que indicam a utilização da concentração de solução de Cloreto de Sódio 5% com o objetivo de introduzir as amostras em um ambiente que representasse, em laboratório, as condições marítimas severas de salinidade e para limpeza e medições das amostras baseou-se na norma ASTM G1 (03).

As amostras foram deixadas no ambiente salino por 14 dias, fazendo a retirada dos dados inicialmente até o 7º dia. Após o 7º dia, as amostras foram retiradas do ambiente salino e lavadas para retirada de sais aderidos, realizando-se as medições da densidade e massa. Na sequência, as amostras foram realocadas no equipamento de ensaio, no qual foram mantidas até o final do período de análise.

Um parâmetro importante neste tipo de ensaio é a taxa de corrosão das amostras, na qual se analisa a perda de massa. Para este cálculo faz-se uso da norma NACE (RP0775) e da Equação 6 que permite obter a taxa de corrosão uniforme em mm/ano:

Taxa de corrosão =
$$\frac{K \times W}{A \times T \times D}$$
 (6)

Onde:

 $K = 8,76 \text{ x } 10^4 \text{ para (mm/ano)};$

W = perda de massa em gramas;

 $A = \text{área em cm}^2$;

T = tempo em horas;

 $D = densidade em g/cm^3$.

As amostras tiveram suas densidades previamente medidas em uma balança de Arquimedes, com precisão de três casas decimais. A densidade foi medida três vezes, para minimizar erros de medição, assim obteve-se a média para realização dos cálculos. O cálculo da massa pode ser dado pela Equação (7) que relaciona a densidade das amostras com o volume.

$$m = d x v \tag{7}$$

v = Volume (cm³) m = Massa (g) d = Densidade g/cm³

A Figura 21 ilustra o equipamento utilizado para realizar o procedimento de névoa salina.





Fonte: O Autor (2022).

4.3.6 Rugosidade Superficial

Medidas de rugosidade superficial foram realizadas utilizando um equipamento Taylor Hobson, modelo Sutronic S-100, localizado no Laboratório de Metrologia do LACTEME, ilustrado na Figura 22, com o objetivo de analisar se o processo de oxidação nas amostras iria influenciar na rugosidade superficial das amostras. Para as medidas este equipamento utiliza como princípio de funcionamento um sensor que é colocado sobre a superfície e este desliza ao longo da superfície, permitindo a análise da rugosidade. Todas as amostras, antes e após o tratamento foram submetidas ao ensaio de rugosidade superficial.

Para visualizar como a corrosão irá se desencadear na superfície, as amostras foram todas lixadas nas granulometrias #120, #220, #400, #600, #800 e #1200, e posteriormente polidas para retirar o oxido presente na superfície da mesma e produzindo um padrão de rugosidade superficial para eliminar qualquer influência proveniente de pequenas diferenças de rugosidade. As amostras neste estado podem ser vistas na Figura 13.

A medição da rugosidade nas amostras foi feita no centro da amostra, com valor de cut-off de 0,25m e comprimento de 35mm.



Figura 21 - Máquina de Rugosidade.

Fonte: O Autor (2022).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, são apresentados, os resultados das análises microestruturais obtidas por microscopia óptica e eletrônica de varredura, e com os procedimentos experimentais descritos no Capítulo 3. Em um segundo momento são apresentados os resultados da microdureza dos materiais e por fim, os resultados de corrosão e rugosidade após o ensaio em névoa salina, visando analisar a resistência à corrosão do material.

5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS COMO RECEBIDAS (CR)

Nesta sessão são apresentados os resultados da caracterização das amostras na condição como recebida (CR). Primeiramente serão apresentadas as análises relacionadas à microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura e análise de inclusões presentes no material, bem como o valor de microdureza obtido.

A Figura 23 apresenta as análises microestruturais obtidas por microscopia óptica da amostra na condição recebida, atacada com Nital 3,5%.

Figura 22 - Micrografias obtidas por microscopia óptica e MEV do aço API 5L X65 na condição CR atacada com Nital 3,5% e ampliação de (a) 200X, (b) 3100X, (c) 500X e (d) 6600X.



Fonte: O Autor (2022).

Analisando-se as micrografias apresentadas através do microscópio óptico na Tabela 5, observa-se uma microestrutura com predominância de matriz ferrítica, com grãos em cores mais claras e grãos perliticos em cores mais escuras, orientadas paralelamente à direção de laminação, mesma microestrutura encontrado na literatura nesse tipo de aço. Segundo Bhadeshia (2001) essa microestrutura composta de ferrita-perlita é a mais popular no contexto de aços ABRL. Na Figura 24 é apresentada uma imagem ilustrativa da diferença de tamanho de grão entre uma microestrutura de um aço dito na condição normal, e na condição com microligados.



Figura 23 - Diferença de granulometria entre material produzido por TMCP (a) condição normal e (b) elementos microligado.

Para determinar o seu tamanho de grão (TG) utilizou-se a norma ASTM E112 (2004). O tamanho de grão medido foi igual a 9,5 µm para a amostra como recebida. Estes resultados estão de acordo com a literatura, segundo Bhadeshia (2001).

5.1.1 Análise de inclusão

Após a preparação metalográfica das amostras verificou-se a presença de inclusões nas mesmas, que se apresentam como pequenas partículas irregulares e mais escuras que o metal base polido. Para determinar a forma das inclusões presentes no material, baseou-se na norma ASTM E45 (2011).

A literatura menciona que a presença de inclusões interfere nas taxas de corrosão e podem afetar os resultados das análises obtidas no presente trabalho. Segundo Finamore (2016) ao contrário dos elementos de liga que propiciam propriedades desejadas, os precipitados são fases secundarias remanescentes da fabricação e do processamento do metal. Tais impurezas, como são chamadas, são em sua maioria óxidos e sulfetos que se aglomeram formando inclusões. Dado que as inclusões são uma heterogeneidade metalúrgica, sua presença tende a formar uma célula de corrosão com o metal base, onde terá papel anódino, catódico ou inerte dependendo de sua nobreza.

As inclusões não metálicas estão presentes com relativa frequência em ligas metálicas e, no caso do aço carbono, as inclusões de sulfeto de ferro e de sulfeto de manganês são bastante comuns. Quando as inclusões estão segregadas, estas podem resultar em diminuição de propriedades mecânicas do metal devido à sua natural não plasticidade e à alta

concentração de tensões localizadas, que aumenta a energia interna e acelera a cinética das reações (Roberge, 2008; Gentil, 2003; Mc Cafferty, 2010).

Na Figura 25 são apresentadas imagens obtidas no MEV da seção transversal do aço após o polimento, no qual é possível identificar a presença das inclusões. O exame foi realizado com aumento de 380X.





Fonte: O Autor (2022).

Realizou-se uma análise química das inclusões, utilizando o EDS. De acordo com a análise, verifica-se, como pode ser observado na Figura 26, que tais inclusões, que possuem formato arredondado são compostas de óxidos de Al e sulfeto de Ca, Mg, Mn, Fe, O, Si, formando óxidos e sulfetos.

Figura 25 - (a) Imagem de espectro EDS da inclusão (b) Porcentagem das inclusões.



Fonte: O Autor (2020).

De acordo com a literatura (Nóbrega et. al., 2003; Gentil, 2003; Colpaert, 2008;) os óxidos surgem devido à reação do oxigênio, dissolvido no metal líquido durante o processamento, com o Si, Mn e Al existentes ou, por serem adicionados como desoxidantes, resultando nos óxidos de silício, manganês e de alumínio. Os sulfetos são formados, porque o enxofre remanescente, por ser impureza difícil de total eliminação, reage com o ferro e manganês, resultando os sulfetos de ferro e manganês. Entretanto, a forma das inclusões depende primordialmente dos processos de conformação que o material sofre, especialmente laminação e a extrusão.

Segundo Turkdogan (1996) o cálcio é adicionado com a finalidade de formar aluminatos de cálcio, ao invés de alumina. Nestes aluminatos também podem estar presentes outros elementos tomando a composição das partículas mais complexas. Também é constante a presença de partículas de óxidos de alumínio e de silício com morfologias poliédricas e irregulares.

No caso especifico dos aços ARBL utilizados em tubos, o cálcio tem como objetivo principal a redução da susceptibilidade às trincas induzidas pelo hidrogênio (CICUTTI *et. al.*, 1997).

5.2 MICRODUREZA VICKERS

Medidas de microdureza Vickers foram realizadas sobre as amostras de aço API 5L X65 como recebidas com o objetivo de obter um valor de referência antes dos tratamentos térmicos. A medida da microdureza superficial baseou-se na norma ASTM E384-07 (2007). Desta forma, é possível investigar a influência do tratamento, bem como sua efetividade na propriedade mecânica do material em estudo.



Figura 26 - Perfil de microdureza da amostra como recebidas.

Fonte: O Autor (2022).

	Metal Base
Microdureza Vickers	$144,15 \pm 0,70$
Fonte: O Aut	tor(2022)

Tal	bela	5 -	Médi	a e o	desvio	padrão	das	medidas	de	dureza.
-----	------	-----	------	-------	--------	--------	-----	---------	----	---------

Fonte: O Autor (2022).

Este valor vai de acordo com outras literaturas, Segundo Gonzaga (2015) os valores de microdureza obtidos no metal de base são relativamente baixos. O maior valor encontrado foi de 148 HV-50g na região do material como recebido.

5.3 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS TRATADAS TERMICAMENTE

Nesta sessão são apresentados os resultados da caracterização das amostras após o tratamento térmico de têmpera e normalização, no qual são apresentadas as análises de microscopia óptica, microscopia eletrônica de varredura, bem como o valor de dureza obtido em cada um dos processos.

As seis amostras tratadas, foram caracterizadas pela técnica de microscopia óptica após preparação metalográfica e ataque químico. Na Figura 28 são apresentadas as micrografias destas amostras.

Figura 27 - Micrografias obtidas por microscopia óptica e MEV do aço API 5L X65 das amostras temperadas e resfriadas em água atacada com Nital 3,5% e ampliação de (a) 200X, (b) 3100X, (c) 500X e (d) 6600X.



Fonte: O Autor (2022).

Ao analisar as micrografias das amostras tratadas e resfriadas em água, verifica-se que a microestrutura é composta por martensita, indicada pela seta vermelha, a qual está caracterizada por algumas placas alternadas de ferrita, indicada pela seta amarela. O fato das amostras apresentarem um menor teor de carbono, associado, às condições de resfriamento, não permitiu a formação de martensita em todo material (SILVA E MEI, 2010).

Na Figura 29 são apresentadas as micrografias obtidas por microscopia óptica e eletrônica das amostras normalizadas. Pode-se observar que o material apresenta uma microestrutura constituída por uma matriz de perlita, indicada pela seta amarela e ferrita indicada pela seta vermelha, nitidamente distinta daquela apresentada pelo material tratado

em água. Estes resultados estão de acordo com os obtidos após o tratamento térmico de normalização, e de acordo com a literatura, segundo Colpaert (2008) e Silva e Mei (2010).

Figura 28 - Micrografias obtidas por microscopia óptica e MEV do aço API 5L X65 das amostras normalizadas atacada com Nital 3,5% e ampliação de (a) 200X, (b) 3100X, (c) 500X e (d) 6600X.



Fonte: O Autor (2022).

Uma das consequências do tipo de resfriamento empregado relaciona-se com o tamanho do grão obtido, que influi em várias propriedades dos materiais, dentre as quais podemos destacar a resistência à corrosão. Neste sentido, realizou-se a medida do tamanho do grão nas diferentes condições do material: CR, tratado por têmpera e normalizados e em água. Utilizando-se da norma ASTM E112-13, o tamanho de grão (TG) do material normalizado foi

de 8,5 um. O tamanho de grão do material temperado em água não foi obtido pela complexidade da estrutura.

Na Figura 30 é apresentada uma imagem comparativa entre micrografias obtidas por microscopia óptica das três condições estudadas:

Figura 29 - Comparação entre as microestruturas obtidas com ampliação de 500X, (a) como recebido; (b) temperado em água, (c) normalizadas.



Fonte: O Autor (2022).

De acordo com a Figura 30 (a) relativa à micrografia das amostras como recebida, observa-se uma microestrutura composta de grãos mais refinados. No caso das amostras tratadas, verifica-se a mudança na microestrutura em função do tipo de resfriamento utilizado. A Figura 30 (b), relativa às amostras normalizadas, evidencia um comportamento de material com alívio de tensões mais homogêneo e com tamanho de grãos maiores.

Por outro lado, na Figura 30 (c) relativa à micrografia do aço temperado em água, observa-se a presença de uma microestrutura muito diferente da original, com formas agulhadas característicos de martensita.

5.4 MICRODUREZA VICKERS

Os resultados de microdureza Vickers realizados na seção transversal das amostras como recebidas apresentaram valor médio de dureza na ordem de $228 \pm 0,15$ HV (Figura 31), valor este superior ao de $144,46 \pm 0,05$ HV medido para o substrato de aço API 5L X65. Já para amostras normalizadas, verifica-se um valor médio de dureza na ordem de $99,46 \pm 0,05$ HV. Observa-se que estes dados dos perfis de dureza fornecidos são consistentes com o efeito de cada tratamento térmico: no caso das amostras normalizadas, que promoveu um alívio de

tensão no material, este se torna mais homogêneo e tem sua dureza reduzida, de outro modo, a têmpera com as amostras resfriadas em água visa aumentar a dureza do material por meio da transformação martensítica, desse modo às microestruturas obtidas são condizentes com os padrões de durezas obtidos.



Figura 30 - Perfil de dureza transversal das amostras.

Fonte: O Autor (2022).

Pode-se notar que os perfis de microdureza condizem com os tamanhos de grãos analisados, o TG da amostra como recebido (9,5 μ m) e o TG das amostras normalizadas de (8,5 μ m). Desse modo, verifica-se que o tamanho de grão aumentou com o resfriamento ao ar, enquanto sua dureza reduziu, conforme esperado na literatura (CHIAVERINI, 1984).

A pequena variação nas medidas feitas está associada à heterogeneidade do material, esta que é influenciada, sobretudo por pequenas diferenças na composição química, natureza da microestrutura, área onde é feita a indentação, ou diferença no histórico térmico e mecânico do processamento do aço, comportamento também observado por Silva (2004).

5.5 ANÁLISE EM NÉVOA SALINA

O processo de névoa salina foi utilizado com o objetivo de acompanhar a evolução da corrosão nas amostras e investigar a influência do tipo de tratamento térmico na resistência a corrosão apresentada pelo material em estudo. Para o cálculo da taxa de corrosão, foram realizadas medições da massa, densidade e área de cada uma das amostras. O valor destas variáveis, para cada uma das condições estudadas, pode ser visto na Tabela 6.

	Massa Inicial (g)	Área (mm ²)	Densidade Inicial (g/cm ³)
1 AG	34,33	629,42	$7,819 \pm 0,04$
2AG	34,08	640,49	7,818± 0,02
3 AG	35,81	661,98	$7,820 \pm 0,02$
1 AR	41,36	762,86	$7,820 \pm 0,02$
2 AR	29,24	594,36	$7,820 \pm 0,02$
3 AR	34,25	654,28	$7,821 \pm 0,01$
1 CR	48,49	874,97	$7,822 \pm 0,04$
2 CR	49,68	893,30	$7,824 \pm 0,03$
A3 CR	54,11	969,43	$7,820 \pm 0,03$

Tabela 6 - Tabela informativa de massa inicial, área e densidade das amostras.

Fonte: O Autor (2022).

O primeiro acompanhamento foi feito de forma visual, com obtenção de imagens por meio do microscópio estereoscópio, diariamente, durante os primeiros sete dias. A partir do 7º dia, as amostras ficaram no processo de névoa salina até a sua retirada. Pode-se observar que as amostras apresentaram um nítido avanço na corrosão desde o início do processo. A Figura 32 apresenta as imagens obtidas em diferentes tempos de exposição das amostras no ambiente salino e em função do tratamento empregado. É importante salientar que todas as amostras foram igualmente lavadas antes de serem fotografadas, com o intuito de remover as sujeiras provenientes da oxidação.



Figura 31 - Amostras durante o processo de névoa salina.

Fonte: O Autor (2022).

Verifica-se, pelas imagens, que o processo de corrosão se acentua, a partir de 3 horas, formando o que parece pontos de corrosão por pitting e possíveis desplacamento da superfície do material, expondo o substrato à atmosfera corrosiva e ampliando a adesão de sais do ambiente nesses pontos.

Após o sétimo dia de ensaio, as amostras foram retiradas para medição de massa perdida. Os valores de densidade obtidos em função do tipo de tratamento realizado são apresentados na Tabela 7.

	Massa (g)	Densidade (g/cm ³)
1 AG	34,14	$7,778 \pm 0,03$
2AG	33,90	$7,776 \pm 0,02$
3 AG	35,66	$7,787 \pm 0,04$
1 AR	41,20	$7,789 \pm 0,02$
2 AR	29,09	$7,779 \pm 0,02$
3 AR	34,08	$7,781 \pm 0,01$
1 CR	48,23	7,78± 0,03
2 CR	49,41	$7,782 \pm 0,02$
3 CR	53,83	7,779±0,03

Tabela 7 - Tabela informativa de massa e densidade das amostras após 7 dias de imersão em névoa salina.

Fonte: O Autor (2022).

Na figura 33 é apresentado um gráfico no qual é possível verificar os valores apresentados na Tabela 7 sob a forma de um gráfico de barras. Analisando-se o gráfico podese concluir que as amostras não tratadas apresentaram os maiores valores de perda de massa, quando comparados com aqueles resultados apresentados pelas amostras não tratadas.

Figura 32 - Gráfico de barra da massa perdida após 7 dias das amostras.



Fonte: O Autor (2022).

Após o período de 14 dias as amostras foram retiradas para realizar as medições de densidade e massa perdidas novamente. Os resultados estão informados na Tabela 8 e a massa perdida das amostras ilustradas na Figura 34.

	Densidade (g/cm ³)	Massa (g)
1 AG	7,724	34,07
2AG	7,724	33,67
3 AG	7,738	35,44
1 AR	7,744	40,96
2 AR	7,729	28,91
3 AR	7,711	33,77
1 CR	7,743	48,01
2 CR	7,727	49,07
A3 CR	7,707	53,33

Tabela 8 - Tabela informativa de densidade e massa perdida das amostras, após 14 dias de imersão em névoa salina.

Na figura 34 é apresentado o gráfico no qual é possível verificar os valores apresentados na Tabela 8 sob a forma de um gráfico de barras. Pode-se concluir que as amostras tratadas por têmpera em água apresentaram os menores valores de perda de massa, quando comparados com aqueles resultados apresentados nas demais amostras.

Fonte: O Autor (2022).



Figura 33 - Gráfico de barra da massa perdida após 14 dias das amostras.

Fonte: O Autor (2022).

Ao final do processo de ensaio em névoa salina as amostras, ilustrada na Figura 35, foram retiradas, sendo posteriormente fotografadas em um microscópio estereoscópio, permitindo visualizar a superfície das mesmas.

Figura 34 - Amostras após o processo corrosivo com aumento de 100X (a) Amostra como recebida (b) Amostra com resfriamento em água, (c) Amostra normalizadas.



Fonte: O Autor (2022).

Ao analisar as imagens é possível verificar que as amostras apresentaram acentuada corrosão na superfície. As flechas em vermelho demonstram pontos que podem ter sido causados pela presença de soluções de sais halógenos. Visualmente parecem ser corrosão do tipo alveolar ou "pitting". Segundo Gentil (2003) o pitting é uma forma de corrosão, que consiste na formação de pequenas cavidades que iniciam na superfície da peça metálica que podem chegar a perfurar toda a espessura da peça.

Para o cálculo da taxa de corrosão a perda de massa é convertida taxa de corrosão generalizada. De acordo com o valor, o processo corrosivo pode ser classificado como baixo, moderado, alta ou severa. Para análise qualitativa da extensão corroída, utiliza-se a classificação apresentada na Tabela 9, retirada da norma NACE RP0775.

Taxa de Corrosão (mm/ano)
Baixa $< 0,025$
Moderada 0,025-0,12
Alta 0,13-0,25
Severa > 0,25
Fonte: NACE (2005).

Tabela 9 - Classificação qualitativa dos aços-carbono quanto à taxa de corrosão uniforme.

Avaliando-se os resultados obtidos no presente trabalho, verifica-se que a taxa de corrosão é baixa para todas as condições estudadas, e sua classificação da taxa de corrosão das amostras pode ser vista na Tabela 10. A figura 36 apresenta um gráfico de barras para melhor visualização.

Tabela 10 - Tabela de taxa de corrosão.

Taxa de Corrosão (mm/ano)				
Amostra resfriada em água	0,016 ± 0,004	BAIXA		
Amostra resfriada ao ar	0,019 ± 0,003	BAIXA		
Amostra como recebida	$0,022 \pm 0,005$	BAIXA		
Easter O Autor (2022)				

Fonte: O Autor (2022).



Figura 35 - Gráfico de barra da taxa de corrosão após 14 dias de imersão em névoa salina.

Fonte: O Autor (2022).

O aço API 5L X65 PSL2 é um aço bastante utilizado na indústria naval, e devido o ambiente na qual trabalha, já possuem uma elevada resistência à corrosão. Analisando os dados de corrosão obtidos em (mm/ano) podemos notar que as amostras temperadas e normalizadas apresentam menores taxas de corrosão, se comparadas àquelas sem tratamento térmico.

Relacionando a taxa de corrosão com a microestrutura do material verifica-se que as amostras como recebidas apresentam uma maior quantidade de contornos de grãos, quando comparado às amostras na condição com resfriamento ao ar, Figura 30 (a,c). Segundo Telles (2003) a causa geral da corrosão, principalmente por pites é a existência de pequenas áreas do material, altamente anódicas em relação às áreas catódicas adjacentes, formando as chamadas "pilhas passivo-ativo". Se tratando da diferença de potencial associada ao metal, os contornos de grãos funcionam como áreas anódicas em relação aos grãos.

Segundo Mariano *et. al.* (2006), a obtenção de martensita altamente homogênea auxilia na resistência no aumento da resistência à corrosão e com a adição de determinados elementos ou a alteração da microestrutura do metal obtêm-se uma melhor condição física e química deste material perante condições ambiente.

5.6 RUGOSIDADE SUPERFICIAL COM AMOSTRAS POLIDAS

Na Tabela 11 são apresentados os valores de rugosidade das amostras submetidas ao tratamento térmico, e posteriormente ao ensaio de corrosão.

Tratamento Térmico	Rugosidade Ra (µm)	Rugosidade após corrosão (µm)	Dureza (HV)	Taxa de corrosão (mm/ano)
Amostras	$0,0036 \pm 0,00055$	$19,58 \pm 1,32$	$228,3 \pm 1,92$	0,016 ±
AG				0,004
Amostras	$0,0038 \pm 0,00053$	$20,17 \pm 5,13$	$99,44 \pm 2,62$	0,019 ±
AR				0,003
Amostras	$0,\!0052\pm0,\!0020$	$17,77 \pm 2,22$	$144,15\pm 2,60$	0,022 ±
CR				0,005

Tabela 11 - Avaliação do avanço da rugosidade devido à corrosão.

Fonte: O Autor (2022).

A Figura 37 apresenta um gráfico de barra relacionando a rugosidade superficial imersas em névoa salina. As amostras temperadas e resfriadas em água e as amostras normalizadas apresentaram valores parecidos ($17,77 \pm 2,22 \mu$ m para tratado em água e 0,0038 \pm 0,00053 μ m tratado ao ar), porém pode-se notar que a rugosidade superficial da amostra como recebida ($0,0052 \pm 0,0020 \mu$ m) obtiveram os maiores valores. Isso pode ter sido causado devido à má preparação da superfície por conta dos desníveis do material, visto que o processo de preparação é manual.



Figura 36 - Rugosidade superficial no início do processo corrosivo.

Fonte: O Autor (2022).

Para os valores obtidos da rugosidade superficial após o ensaio de corrosão, é possível observar (Figura 38) que a amostra como recebida foi a que apresentou um menor valor médio de rugosidade superficial (17,77 \pm 2,22 µm), enquanto as amostras temperadas em água apresentaram um valor médio de (19,58 \pm 1,32 µm) e aquelas normalizadas apresentaram rugosidade média de (20,17 \pm 5,13 µm).



Figura 37 - Rugosidade superficial ao fim do processo corrosivo.

Fonte: O Autor (2022).

Um dos motivos para amostra como recebida ter desenvolvido uma maior da taxa de corrosão pode ser explicado também devido à rugosidade no inicio do processo ter sido maior que as demais amostras (Figura 37), pois segundo Souza (2016) superfícies com acabamentos superficiais mais pobres, com rugosidade elevada, tendem a reter maior quantidade de líquidos, vapores e sais fixados em suas superfícies do que superfícies melhor acabadas, desse modo, tornam-se mais vulneráveis à corrosão. Motivo pela qual as amostras resfriadas em água podem ter apresentado um melhor resultado de taxa de corrosão, apresentando um valor médio de rugosidade inicial $0,0036 \pm 0,00055 \ \mu m$.

6 CONCLUSÃO

Após a realização do presente trabalho, verifica-se que os resultados da caracterização microestrutural realizada no aço API 5L X65 permitem inferir:

• Nas amostras como recebida observa-se uma microestrutura com predominância de matriz ferrítica e perlítica, orientadas paralelamente à direção de laminação.

• Para o material normalizado, pode-se observar a presença de uma microestrutura constituída por uma matriz de perlita e ferrita, porém verifica-se um alívio de tensão provocado pela presença de uma microestrutura mais homogênea e com tamanho de grãos maiores.

• Para as amostras temperadas em água, a microestrutura foi composta por martensita, com algumas placas alternadas de ferrita.

A partir dos resultados dos ensaios realizados com as amostras temperadas a 950°C, concluiu-se que:

• A têmpera em água a 950°C imputou maior dureza ao material, quando comparada à média de dureza obtida na amostra como recebida.

• A normalização a 950°C imputou menor dureza ao material, quando comparada à média de dureza obtida na amostra na condição como recebida.

A diferença nos valores encontrados para a perda de massa das amostras não foi muito significativa. Para a taxa de corrosão, as amostras apresentaram bons resultados, sendo considerada baixa a taxa de corrosão, em mm/ano para todas as amostras, tornando o material seguro para utilização em ambientes corrosivos.

No que tange os valores de rugosidade superficial, verificou-se que as amostras como recebidas foram as que tiveram um menor impacto superficial após a corrosão, entretanto apresentaram uma maior taxa de corrosão. Já as amostras temperadas em água apresentaram menores taxas de corrosão, porém uma rugosidade inicial menor.

7 SUGESTÃO TRABALHOS FUTUROS

- Realizar o processo de nevoa salina durante um maior período de tempo, e realizar ensaio mecânicos de tração para averiguar se o aço em estudo atende as especificações da norma API;
- Realizar o estudo do tipo de corrosão formado após o processo de névoa salina;
- Alterar os parâmetros de tratamento térmico e realizar tratamento térmico com ambiente controlado afim de relacionar sua influência na resistência a corrosão.

8. REFERÊNCIAS

ABRACO, A., & Brasileira, D. E. C. (2003). Corrosão. 1–13.

AKSELSEN, O. M.; RORVIK, G; KLUKEN, A. O. Embrittlement phenomena in the grain coarsened heat affected zone of low carbon microalloyed steels. Scandinavian Journal Materials Science and Technology of Metallurgy, v.19, p. 258-264, 1990.

ASMA, R. B. A. N.; YULI, P. A.; MOKHTAR, C. I. Study on the Effect of Surface Finish on Corrosion of Carbon Steel in CO2 Environment. Journal of Applied Siences. 2053-2057, 2011.

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, "Specification for line pipe, ANSI/API Spec 5L", 44^a Edição, 2008.

AMORIM, H. J. "Estudo da relação entre velocidade de corte, desgaste de ferramenta, rugosidade e forças de usinagem em torneamento com ferramenta de metal duro". Dissertação de mestrado, UFRGS, Porto Alegre, 2002.

Norma ASTM B117 - American society for testing and materials – Standard Test Method of Salt spray (fog) testing, 1995;

ASTM E45 11. Standard test methods for determining the inclusion content of steel. 2011.

ASTM E112. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. [S.1.], 2013.

ASTM E 384-07. Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. U.S.A, 2007. 33p.

ASTM G1 03 - Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test specimens

AVILÉS, J. Q., & de MELO, H. G. Estudo da resistência à corrosão de dois aços API 5L X65 com diferentes teores de Mn e de Nb. *Intercorr* 2018, 1–13, (2018).

BHADESHIA, H. K. D. H. Bainite in Steels: **Transformations, Microstructures and Properties. Second Edition.** London : IOM Communications Ltd, 2001.

CALLISTER, W. D. Jr., **Ciências e engenharia de materiais**: **uma introdução.** 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 589 p, , 2007.

CASTILLO, W. J. G. Furação profunda do ferro fundido cinzento GG25 com brocas de metal duro com canais retos. UFSC, tese de Mestrado, Florianópolis, SC, 2005.

CICUTTI, C. E.; MADIAS, J.; GONZÁLES, J. C. Controlo of Microinclusion in Calcium Treated Aluminium killed Steels. Vol. 24. P. 155-159, 1997.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns.** 4 ed., São Paulo: Edgard Blucher, 652 p, 2008.

COONEY, G., LITTLEFIELD, J., MARRIOT, J., SKONE, T. J., 2015. "Evaluating the Climate Benefits of CO2-Enhanced Oil Recovery Using Life Cycle Analysis". Environmental Science & Technology. v. 49, n. 12, pp. 7491-7500, 2015.

CRUZ, C.; *et. al.* M. Aços de alta resistência e baixa liga em oleodutos e gasodutos. Santos: Unisanta, 2012.

CUDDY, L. J. The Effect of Microalloy Concentration on the Recrystallisation of Austenite during Hot Deformation. Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite, Warrendale, PA: TMS, p.129-140, 1982.

FINAMORE, D. J. Avaliação da corrosão uniforme e puntiforme em meio aquoso aerado utilizando a técnica de cupons de perda de massa. 140 f. Tese (Doutorado) – Pós Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Rio de Janeiro, 2016.

GRAVALOS, M. T.; *et al.* Influência da rugosidade na resistência à corrosão por pite em peças torneadas de aço inoxidável superaustenítico. Revista da Escola de Minas (Impresso), v. 63, p. 77-82, 2010.

GENTIL, V. Corrosão. Rio de Janeiro: LTC, 2003, 341p.

GORNI, A. A. Cálculo da temperatura de não recristalização para aços microligados em função da interação entre a precipitação e recristalização da austenita. Revista Escola de Minas, v.52, n° 1, p. 21-25, 1999.

GONZAGA, S. M. Avaliação de revestimento metalúrgico de aço API 5L X65 com liga níquel-cobre 400 soldado por GTAW-HW. Dissertação (Mestrado), 2015, 110 f. Instituto Alberto Luiz Coimbra, Rio de Janeiro, 2015.

GUIMARÃES, V. A. Influência da Taxa de Resfriamento nas Propriedades Mecânicas e no Micromecanismo de Fratura de um Aço Microligado com Nióbio e Titânio. Tese (doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, p. 157, 1997.

HILLENBRAND, H. G., GRAF, M., KALWA, C. Development and production of high strength pipeline steels. In: NIOBIUM 2001, Dec. 02-05, Orlando, Flórida, Proceedings Orlando, Florida, 2001. p.1-28.

ITMAN, André. Corrosão. Vitória: Abcm, 2010, 56p.

JUNIOR, C. A. R. Caracterização de trincas de corrosão sob tensão em gasoduto de aço API 5L X65. 2020. 94 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2020.

MC. CAFFERTY, E. Introduction to Corrosion Science. Ed. Spring. 2010.

MACEDO, J. F. **Estudo das propriedades mecânicas, microestruturais e susceptibilidade do aço API 5L X70 à fragilização por hidrogênio.** Dissertação de mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Campus de Guaratinguetá, São Paulo, 2020.

MACHADO, I. Tratamentos Térmicos e de Superfície. Introdução a Manufatura Mecânica. PMR, 2002.

MARIANO, N. A. *et. al.* Effect of heat treatment on the microstructure and corrosion resistance of the 12Cr1,8Ni0,1C alloy, 2006.

MASFELD, F.; CARTER, V. E.; JONES, D.A.; GRAIG, I. H. Corrosion Processes and New York: Applied Science Publishers, 1982.

MONTE, I. R. Caracterização microestrutural do aço API 5L X65 soldado por feixe de elétrons com diferentes aportes térmicos. Dissertação de mestrado apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo, Lorena, 2013.

MUNIZ, T. F. Effect of some heat treatments on microstructure and mechanical properties of a microalloyed low carbono steel aiming to attend the oil and gas industry. ABCM. Rio de Janeiro, p. 1-7. 11 jun. 2015.

NACE STANDARD RP0775-2005. Preparation, Instalation, Analysis, and Interpretation of Corrosion Coupons in Oilfield Operations, item n° 21017, ISBN 1-57590-086-6, 2005.

NÓBREGA, A. C. V.; SILVA, D. R. da; BARBOSA, A.F.F., Pimenta, G.S. **Monitoração e controle da corrosão em dutos transportadores de gás natural.** 6^a Conferência Internacional sobre Tecnologia de Equipamentos, Coteq-189, Salvador/BA. 2003.

NUNES, L. F. Efeito da temperatura de revenimento na resistência do aço API 5L X70 à corrosão em solo quimicamente tratado. 17º Semana de Iniciação Científica. Minas Gerais, 2016.

OGATA, P. H. Caracterização Microestrutural do Aço para Tubo API 5L X-65 em diferentes regiões da chapa como laminada e após austenitização e resfriamento sob diversas taxas de resfriamento. Dissertação de mestrado apresentada ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. 2009.

OGATA, P.H; RAMÍREZ, M. G; GOLDENSTEIN, H.; GORNI, A. A.; LANDGRAF, F. J. G. Caracterização microestrutural de aço API 5L X-65, austenitizado e resfriado a diferentes taxas de resfriamento. Contribuição técnica ao 18° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência de Materiais – CBECiMat. Porto de Galinhas, PE, Brasil, 2008.

OGATA, P.H; GOLDENSTEIN, H.; GORNI, A. A.; LANDGRAF, F. J. G. Caracterização microestrutural ao longo da espessura de chapa grossa de aço microligado para tubos api 51-x65. Contribuição Técnica ao 64° Congresso Anual da ABM. Belo Horizonte, MG, Brasil, 2009.

OLIVEIRA, R. V. Tratamento Térmico de um Tubo De Aço API 5L X65 Utilizado em Curvamento por Indução. Dissertação de mestrado, Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro. 2014.

OLIVEIRA, M. C. de *et al.* Corrosion behavior of API 5L X65 steel subject to plastic deformation. Journal Of Materials Research And Technology. Guaratinguetá, p. 1-5. 20 nov. 2017.

SANT'ANNA, P. C. Influência de Tratamentos Térmicos Intercríticos na Microestrutura e Propriedades Mecânicas do Aço API 5L X65. Tese de doutorado, Universidade Estadual de Campinas. Campinas. 2006.

SHAPA TECHNICAL BULLETIN, The Surface Finish of Stainless Steel on Fabricated Itens, n. 1, p.10, 2000.

SILVA, A. L. V. C.; MEI, P. R. **Aços e ligas especiais**, 3 ed. São Paulo: Edgard Blucher ltda, 646 p, 2010.

SILVA, M. C. Caracterização das propriedades mecânicas e metalúrgicas do aço API 5L X80 e determinação experimental de curvas J-R para avaliação da tenacidade a fratura. 2004. 96f. Dissertação (Mestrado). Escola Politécnica da universidade de São Paulo, São Paulo, 2004.

SILVA, A. P. Efeito dos tratamentos térmicos de têmpera e particionamento na microestrutura e propriedades mecânicas de aços API aplicados em indústrias de óleo e gás. Dissertação (Mestrado), Rede Temática em Engenharia de Materiais, Ouro Preto, 2018.

SILVA, S. C. Fragilização do hidrogênio em aço API 5L X65 em ambiente salino saturado com CO_2 e CO_2 com baixo teor de H_2S . Tese de doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro. 2019.

SOUZA, N. M. TÊMPERA SUPERFICIAL A LASER NO AÇO AISI 300M Alegrete - RS 2018. 2018. 52 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Pampa, Alegrete, 2018.

SOUZA, A. J. Processos de fabricação por usinagem. UFRS, RS, 2016. Disponível em: https://chasqueweb.ufrgs.br/~ajsouza/processos_usinagem.htm. Acesso em 01 de Março de 2022.

PLAUT, R. L. ; GORNI, A. A.; NAKASHIMA, J. T. ; PEREIRA, M. M. ; SILVEIRA, J. D. **Estudo das propriedades mecânicas do aço API X70 produzido por laminação controlada.** Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, v. 6, n. 1, p. 7-12, 2009.

POLIPO, G. Corrosão em Estruturas de Concreto Armado: Causas, Mecanismos, **Prevenção e Recuperação.** 2006. 191 f. Monografia (Especialista em Avaliação em Perícia). Universidade Federal de Minas Gerais 2006.

RAMANATHAN, L. V. Corrosão e seu controle São Paulo: Hemus Editora Ltda. 339 p, 1998.

PORTO, R. Avaliação da Influência de Parâmetros de Laminação de Tiras a Quente na Tenacidade de um aço que atende aos requisitos da Norma API 5L graus X70 e X80. 2010. 127 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Redemat, Ouro Preto, 2010.

ROBERGE, P. R.. Corrosion Engineering. New York: Mc Graw Hill, 2008.

ROCHA, T. F. Medidas de proteção à corrosão em cascos de navios militares brasileiros. Rio de Janeiro: UCM, 2011.

RODRIGUES, J. M. Estudo da corrosão do aço para dutos API 5L X56 em Solos do RS. Tese de Doutorado, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Porto Alegre, 2006.

VARELA, F., TAN, M. Y. J., FORSYTH, M., HINTON, B., & BONAR, C. A review o techniques for the monitoring of cathodic shielding and corrosion under disbonded coatings. Annual Conference of the Australasian Corrosion Association 2013: Corrosion and Prevention 2013, January, 522–530, 2013.

VALE, A. R. M. Apostila de Tratamento Térmico do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Belém, PA, Brasil, 2011.

VILAR, R. Laser surface modification of steels and cast irons for corrosion resistance. Portugal: ABCM, 2012.

TELLES, P.C.S. **Materiais para Equipamentos de Processo.** 6^a. Ed. Rio de Janeiro: Editora Interciência, 275p, 2003.

TURKDOGAN, E. T. Fundamentals Of Steelmaking. Maney Materials Science. 345p, 1996.

ULUTAN D., OZEL T., "Machining induced surface integrity in titanium and nickel alloys: A review", International Journal of Machine Tools & Manufacture , v.51, pp. 250–280, 2011.