

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO  
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

Felipe Jaime de Pina

Estudo da tenacidade à fratura em baixa temperatura do aço API 5L X70 com teor  
de nióbio modificado

São Carlos

2016



FELIPE JAIME DE PINA

Estudo da tenacidade à fratura em baixa temperatura do aço API 5L X70 com teor  
de nióbio modificado

Trabalho de conclusão de curso  
apresentado à escola de Engenharia de  
São Carlos da Universidade de São Paulo,

Área de concentração: Mecânica da fratura

Orientador: Prof. Dr. Waldek Wladimir  
Bose Filho

São Carlos

2016

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Pina, Felipe Jaime de

P645e      Estudo da tenacidade à fratura em baixa temperatura do aço API 5L X70 com teor de nióbio modificado / Felipe Jaime de Pina; orientador Waldek Vladimír Böse Filho. São Carlos, 2016.

Monografia (Graduação em Engenharia De Materiais e Manufatura) -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2016.





*Dedico este trabalho  
aos meus pais Joaquim  
e Renatta e aos meus  
irmãos Tiago e Gabriel*



## Agradecimento

Agradeço primeiramente a minha família, sem eles não seria nada, eles ajudaram a construir meu caráter e sempre esteve à disposição para ajudar.

Ao Prof. Titular Waldek Wladimir Bose Filho, pela oportunidade de realizar este trabalho e me auxiliar a todo momento.

Ao Prof. Julio Cesar de Souza Francisco, por me ajudar e dar apoio neste trabalho.

À Carla Isabel dos Santos Maciel, pela ajuda nos cálculos.

Ao Douglas Giovanni Bon, por auxiliar na operação do equipamento.

À Alice Raabe, por me ajudar na correção deste trabalho.

A todos os meus professores que me ajudaram a seguir o meu caminho, desde pequeno até agora, mas principalmente os professores do Departamento de Engenharia de Materiais, que criei um grande apreço.

E a todos os funcionários do Departamento de Engenharia de Materiais.



*“Os Problemas da vitória são mais  
agradáveis do aqueles da derrota,  
mas não são menos difíceis.”*

*Winston Churchill*



## RESUMO

Pina, F. J. de. **Estudo da tenacidade à fratura em baixa temperatura do aço API 5L X70 com teor de nióbio modificado.** 86f. Trabalho de Conclusão de Curso – Departamento de Engenharia de Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2016.

A produção de petróleo e derivados está crescendo constantemente e os cuidados com seu transporte devem ser intensificados. Dutos de transportes de gases e derivados de petróleo exigem materiais com elevada resistência mecânica, tenacidade e resistência à fadiga. Durante a operação, os dutos são frequentemente sujeitos as intempéries e esforços dinâmicos, consequentemente gerando tensões cíclicas. Devido a estes e outros fatores, são altas as resistências mecânicas exigidas pelo material para a estrutura não sofrer danos. Para atender às crescentes exigências tecnológicas que vêm ocorrendo no setor de materiais, buscam-se métodos para prever possíveis falhas, no que diz respeito ao processamento, estrutura e propriedade. Esses tubos geralmente são classificados segundo a API (American Petroleum Institute), como aços de alta resistência e baixa liga, na subclasse API 5L Specification for Line Pipe. Os aços de alta resistência e baixa liga contém entre 0,05% e 0,25% de carbono, até 2,0% de manganês, e pequenas quantidades de cromo, cobre, níquel, nióbio, titânio, molibdênio, nitrogênio, vanádio e zircônio são usadas em várias combinações. A adição de elementos de liga em associação com o processamento termomecânico visa o refino de grão da microestrutura austenítica, o qual é transferido para a estrutura ferrítica resultante. Este estudo teve o objetivo de comparar a tenacidade à fratura em baixa temperatura do aço API 5L X70, com dois teores de nióbio. Realiza-se um estudo do tamanho de grão e a distribuição deste. Os microconstituintes das microestruturas dos dois aços estudados foram similares sendo constituídas de ferrita, com regiões bandeadas de perlita esboroadas. A análise dos tamanhos de grãos mostrou-se bastante difícil por microscopia ótica, sendo neste caso bastante similar. Com o uso da técnica de EBSD, observou-se a existência de uma microestrutura de caráter bimodal apresentando grande porcentagem de grãos maiores que 12  $\mu\text{m}$ . Os resultados de tenacidade à fratura mostraram que tanto na temperatura ambiente como baixa temperatura, ambos os aços apresentaram CTOD

de carga máxima, evidenciando a grande tenacidade destes aços. Independentemente da temperatura ambos os aços apresentaram maior tenacidade na direção L-T.

Palavras-chave: Mecânica da fratura. Tenacidade à fratura em baixa temperatura. Aço API 5L X70. Aço API 5L X70 com teor de nióbio modificado.

## Abstract

Pina, F. J. de. **Estudo da tenacidade à fratura em baixa temperatura do aço API 5L X70 com teor de nióbio modificado.** 86f. Trabalho de Conclusão de Curso – Departamento de Engenharia de Materiais, Escola de Engenharia de São Carlos – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2016.

The production of oil and by-products is growing steadily and the care with its transportation must be intensified. The pipe used in transport of gas and oil by-product require materials with high mechanical strength, toughness and fatigue resistance. During the operation, pipelines are often affected by the weather and dynamic stresses, therefore generating cyclic tensions. Due to these and other factors, is high the mechanical strengths required by the material for the structure to be undamaged. In order to meet the increasing technological requirements that have been occurring in the material sector, methods are being sought to predict possible failures in processing, structure and properties of the material. These pipes are generally classified according to the API (American Petroleum Institute) as high strength and low alloy steels in the API 5L Specification for Line Pipe subclass. High strength and low alloy steels contain between 0.05% and 0.25% carbon, up to 2.0% manganese, and small amounts of chromium, copper, nickel, niobium, titanium, molybdenum, nitrogen, vanadium and zirconium are used in many combinations. The addition of alloying elements in association with thermomechanical processing aims at the grain refining of the austenitic microstructure, which is changed to ferritic structure. This study compares the fracture toughness of the API 5L X70 steel between two steels with different niobium contents in low temperature, a study of grain size and distribution, and their correlation. The microstructures microconstituents of the two steels were similar and constituted of ferrite, with bands of degenerated perlite. The analysis of the grain size was very difficult by optical microscopy, being in this case quite similar. With the use of the EBSD technique, it was observed the existence of a bimodal microstructure presenting regions with grains larger than 12  $\mu\text{m}$ . The results of fracture toughness showed that both at room and low temperatures, the steels presented CTOD of maximum load, evidencing the high tenacity of these steels. Regardless of temperature, both steels showed higher toughness in the L-T direction.

Keywords: Fracture mechanics. Fracture toughness.in low temperature. API 5L X70 steel. API 5L X70 steel with modified niobium content.

## Lista de Figuras

Figura 1 – Comparação entre laminação convencional com a laminação controlada. Fonte: Kozasu, 1992 .....	35
Figura 2 – Processo de fabricação de tubo pelo processo Mannesmann. Fonte: Telles, 2012.....	37
Figura 3 – Linha de fabricação pelo processo UOE. Fonte: Tenaris Confab (2015). 37	
Figura 4 - Linha de produção de tubos pelo processo ERW. Fonte: Tenaris Confab (2015). .....	38
Figura 5 - Linha de fabricação de tubos pelo processo SAWH. Fonte: Tenaris Confab (2015). .....	39
Figura 6 – Mecanismo de falha por: a) coalescimento de microvazios b) clivagem c) Intergranular. Fonte: Wulpi (2000).....	40
Figura 8 – Definições alternative para o parâmetro CTOD, a) Deslocamento na ponta original da trinca e b) Deslocamento na intersecção do vértice de 90º com o flanco da trinca. Fonte: Anderson (1995).....	42
Figura 9 – Posicionamento do corpo de prova para o ensaio de tenacidade a fratura do tipo SE(B). Fonte: ASTM (2013).....	43
Figura 10 – Representação esquemática de abertura da trinca durante um ensaio de flexão em um corpo de prova do tipo SE(B).....	43
Figura 11 – Curva força versus deslocamento. Fonte: ASTM (2013). .....	44
Figura 12 – Principais componentes de um Sistema EBSD. Fonte: Oxford Instruments (2015). .....	48
Figura 13 – Produção da projeção estereográfica de um cristal, que está orientando em relação a uma amostra. Fonte: Oxford Instruments (2015). .....	49
Figura 14 – Representação da região equivalente da projeção estereográfica em corpos cúbicos. Fonte: Oxford Instruments (2015).....	50
Figura 15 – Microestrutura de material mostrando uma estrutura bimodal. Fonte: ANTONIONE, C.; DELLA GATTA, G.; RIOTINO, G.; VENTURELLO, G. 1973. ....	51

Figura 16 – Processo de laminação HSM para obter as bobinas de chapa aço API 5L X70. Fonte: AcelorMittal (2016) .....	54
Figura 17 – a) Chapa de material normal nióbio b) tubo conformado por solda helicoidal com material alto nióbio c) chapas feitas com o tubo de alto nióbio.....	54
Figura 18 – Sentido de laminação da chapa de alto nióbio.....	55
Figura 19 – Representação dos planos de corte na chapa de normal nióbio. Fonte: ASTM (2011) .....	56
Figura 20 – Orientações dos corpos de prova conforme o sentido de laminação. Fonte: DOWNLING. (2007) .....	57
Figura 21 – Dimensões dos corpos de prova. ....	58
Figura 22 – Máquina de ensaio mecânico universal. ....	59
Figura 23 – Posicionamento do CP e o extensómetro utilizado a) pré-trinca b) ensaio de tenacidade à fratura.....	60
Figura 24 – a) MTS® 651 Environmental Chamber b) Registrador do termopar.....	60
Figura 25 - a) estereoscópio utilizado b) imagem através do estereoscópio mostrando o entalhe, a trinca e a marca identificador de $a/W =0,5$ .....	62
Figura 26 – Ensaio tenacidade a baixa temperature, onde se identifica o termômetro, CP e extensômetro.....	64
Figura 27 – Medição do tamanho da trinca inicial.....	65
Figura 28 – Microestrutura do aço normal nióbio, obtido paralelamente à solda. ....	67
Figura 29 - Microestrutura do aço normal nióbio, obtido perpendicular à solda. ....	67
Figura 30 - Microestrutura do aço normal nióbio, obtido no topo da chapa.....	68
Figura 31 – Representação dos planos cortados em um cubo e o seu sentido de laminação.....	68
Figura 32 – MEV mostrando a microestrutura do aço API X70 do normal Nb.....	69
Figura 33 – MEV mostrando a microestrutura do aço API X70 do alto Nb.....	69
Figura 34 – Diagrama de cores para o sistema CCC da ferrita.....	70
Figura 35 – Análise EBSD do material normal Nb. a) $\geq 2^\circ$ e b) $\geq 15^\circ$ . ....	71

Figura 36 – Análise EBSD do material alto Nb a) $\geq 2^\circ$ e b) $\geq 15^\circ$ .....	71
Figura 37 – Distribuição do tamanho do grão da análise de MEV (optical) e EBSD ((Mism $\Rightarrow 2$ e Mism $\Rightarrow 15$ ) do aço normal Nb. ....	72
Figura 38 – Distribuição do tamanho do grão da análise de MEV (optical) e EBSD ((Mism $\Rightarrow 2$ e Mism $\Rightarrow 15$ ) do aço alto Nb .....	72
Figura 39 – Carga versus deslocamento do CP1, normal nióbio orientação T-L, temperatura ambiente. ....	73
Figura 40 – Carga versus deslocamento do CP2, normal nióbio orientação T-L, temperatura ambiente. ....	74
Figura 41 – Carga versus deslocamento do CP3, normal nióbio orientação T-L, temperatura baixa. ....	74
Figura 42 – Carga versus deslocamento do CP4, normal nióbio orientação T-L, temperatura baixa. ....	75
Figura 43 – Carga versus deslocamento do CP5, normal nióbio orientação L-T, temperatura ambiente. ....	75
Figura 44 – Carga versus deslocamento do CP6, normal nióbio orientação L-T, temperatura ambiente. ....	76
Figura 45 – Carga versus deslocamento do CP7, normal nióbio orientação L-T, temperatura baixa. ....	76
Figura 46 – Carga versus deslocamento do CP8, normal nióbio orientação L-T, temperatura baixa. ....	77
Figura 47 – Carga versus deslocamento do CP9, alto nióbio orientação L-T, temperatura ambiente. ....	77
Figura 48 – Carga versus deslocamento do CP10, alto nióbio orientação L-T, temperatura ambiente. ....	78
Figura 49 – Carga versus deslocamento do CP11, alto nióbio orientação L-T, temperatura baixa. ....	78
Figura 50 – Carga versus deslocamento do CP12, alto nióbio orientação L-T, temperatura baixa. ....	79

Figura 51 – Carga versus deslocamento do CP13, alto nióbio orientação T-L, temperatura ambiente. ....	79
Figura 52 – Carga versus deslocamento do CP14, alto nióbio orientação T-L, temperatura ambiente. ....	80
Figura 53 – Carga versus deslocamento do CP15, alto nióbio orientação T-L, temperatura baixa. ....	80
Figura 54 – Carga versus deslocamento do CP16, alto nióbio orientação T-L, temperatura baixa. ....	81

## Lista de tabelas

Tabela 1 – Propriedades físicas de Aços grau API 5L.....	31
Tabela 2 – Classificação para aços API.....	32
Tabela 3 – Origem dos corpos de prova .....	57
Tabela 4 – Dados inseridos no programa.....	61
Tabela 5 – Relação CP e temperatura do ensaio.....	63
Tabela 6 – Resultados de CTOD para os CP e as temperaturas dos ensaios. ....	81



## Lista de Siglas

API – *American Petroleum Institut*;

ARBL – Aço de Alta Resistência e Baixa Liga;

CCC – Cúbico de Corpo Centrado;

CCR – *Conventional controlled rolling*;

CP – Corpo de prova;

CTOD – *Crack Tip Opening Displacement*;

EBSD – *Electron back-scattered diffraction*;

EPS – Especificação do procedimento de soldagem

ERW – *Electric resistance welding*;

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV);

MET – Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET);

MFEL - Mecânica da fratura elástica linear;

NEMAF – Núcleo de Ensaios de Materiais e Análise de Falhas;

Nb – Nióbio;

PSL – *Product Specification Level*;

RCR – Recrystallization-controlled rolling;

SAW – *Submerged arc welding*;

SE(B) - *Single-edge bend*;

SAWH – *Helicoidal Submerged Arc Welding*;

TA – Temperatura Ambiente;

TB – Temperatura baixa.



## Lista de símbolos

$a_0$  – Comprimento da trinca inicial;

$A_0$  – Constante para o cálculo de  $m$ ;

$A_1$  – Constante para o cálculo de  $m$ ;

$A_2$  – Constante para o cálculo de  $m$ ;

$A_3$  – Constante para o cálculo de  $m$ ;

$A_{pl}$  – Área plástica da trinca;

$b$  – dimensão do ligamento original líquido;

$B$  – Espessura do corpo de prova;

$B_n$  – Espessura do corpo de prova líquido;

$E$  – Módulo de Young;

$J$  - Tenacidade a Fratura Elasto-Plástica;

$J_{el}$  – Componente elástica de  $J$ ;

$J_{pl}$  – Componente plástica de  $J$ ;

$K$  – Fator de intensidade de tensão;

$m$  – Fator de correção do crescimento da trinca;

$P$  – Carga aplicada;

$P_m$  – Força máxima

$r_p$  – Fator de rotação plástica;

$S$  – Espaçamento entre os roletes;

$V_p$  – Deslocamento de abertura da boca da trinca;

$W$  – Largura do corpo de prova;

$Z$  – Distância do ponto de medição do extensômetro em relação à face do corpo de prova;

$\delta$  – Deslocamento de abertura da ponta da trinca;

$\eta_{pl}$  – fator para cálculo da componente plástica de  $J$ ;

$\nu$  – Coeficiente de Poisson;

$\sigma_y$  – Limite de escoamento efetivo;

$\sigma_{ys}$  – Limite de escoamento;

$\sigma_{ts}$  – Limite de resistência.

## Sumário

<b>1. Introdução .....</b>	<b>27</b>
1.1. Justificativa .....	27
<b>2. Revisão bibliográfica .....</b>	<b>29</b>
2.1. Aço de Alta Resistencia Baixa Liga (ARBL) .....	29
2.2. Classificação do aço API .....	30
2.3. O efeito do nióbio nos aços.....	32
2.4. Processamento dos aços ABRL para obtenção de dutos .....	33
2.4.1. Laminação controlada .....	34
2.4.2. Fabricação de dutos .....	36
2.4.3. Soldagem circunferencial .....	39
2.5. Fratura dúctil e fratura frágil .....	40
2.6. Tenacidade à fratura.....	41
2.7. Parâmetro CTOD.....	42
2.8. Cálculo do parâmetro CTOD .....	44
2.9. Electron Backscatter Difraction (EBSD) .....	47
2.9.1. A análise EBSD.....	47
2.9.2. Apresentação dos dados .....	49
2.10. Bimodalidade .....	50
<b>3. Materiais e métodos .....</b>	<b>53</b>
3.1. Material .....	53
3.2. Análise metalográfica .....	55
3.3. Ensaio de tenacidade à fratura.....	56
3.3.1. Preparação dos corpos de prova.....	56
3.3.2. Equipamentos de ensaio .....	58
3.3.3. Pré-Trinca .....	61
3.3.4. Ensaio de tenacidade a fratura .....	62
3.3.5. Medição do tamanho da trinca.....	64
3.4. Análise EBSD .....	65

<b>4. Resultado e Discussão .....</b>	<b>67</b>
4.1. Análise metalográfica.....	67
4.2. Análise EBSD.....	69
4.3. Ensaio de Tenacidade à Fratura .....	73
<b>5. Conclusão.....</b>	<b>83</b>
<b>Referências.....</b>	<b>84</b>

## 1. Introdução

As tubulações dutoviárias podem estar localizadas em terra ou submersas em mares, oceanos, rios e lagos. Essas tubulações são utilizadas para o transporte de derivados de petróleo, líquidos e gasosos, de álcool e produtos líquidos de uma maneira geral, como água, azeite ou sucos, estes, no entanto, em distâncias menores, e em alguns casos para produtos sólidos, como os minérios (ROSA, 2011). Sendo uma das formas mais econômicas de transporte de grandes volumes.

O custo fixo da malha dutoviária é um dos mais elevados por causa dos direitos de acesso, de construção, de requisitos para controles das estações e da capacidade de bombeamento (ROSA, 2011). Porém, apresenta custos variáveis muito baixos, pouquíssimo custo com mão de obra e pouco custo de combustível, pois alguns usam a gravidade para movimentar os produtos.

A utilização de tubos fabricados a partir de aços com melhores propriedades mecânicas tem contribuído para a redução de custos na produção das malhas dutoviárias (FRANCISCO, 2015). Torna-se, assim possível selecionar menores espessuras de parede, mantendo-se a mesma pressão de trabalho, o que resulta na diminuição do peso, na diminuição da quantidade de solda depositada em cada junta, além da economia no transporte destes tubos.

O aumento significativo na demanda mundial de dutos para transporte de petróleo e seus derivados é responsável pela busca incessante de aços com propriedades mecânicas elevadas, principalmente por operarem sob alta pressão. Essa indústria se moldou com base nos aços de alta resistência e baixa liga.

Este estudo teve como objetivo realizar ensaios de tenacidade à fratura utilizando o parâmetro *Crack Tip Opening Displacement* (CTOD) em corpos de prova de aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL) com diferentes teores de nióbio, e ainda, simulando uma operação em baixa temperatura, com o intuito de viabilizar o uso de aços ARBL com maiores teores de nióbio para realizar o mesmo trabalho que os que possuem menos teores de nióbio.

### 1.1. Justificativa

Com a grande matriz energética mundial em petróleo e gás, e com grande demanda por essa matéria prima, é de suma importância o transporte com segurança deste material. Com a descoberta de grandes quantidades de petróleo na camada do pré-sal, exige-se controle rigoroso das propriedades dos materiais que são utilizados na extração e transporte desse petróleo.

O Brasil vem sendo palco de crescente demanda por tubos utilizados na construção de polidutos de grande vazão nas últimas décadas, como consequência direta do crescimento contínuo da produção de petróleo e da maior utilização do gás natural na matriz energética nacional (FRANCISCO, 2015).

Sendo assim, dentro deste cenário são necessários diversos desenvolvimentos em materiais, fabricação, processamento, análises, entre outros, para um bom e duradouro funcionamento desses dutos, evitando assim acidentes e problemas com um produto que pode acarretar em vários danos ambientais, de saúde, entre outros. É importante analisar assim a sua vida à fadiga, integridade da estrutura, resistência mecânica, defeitos na fabricação, análises preventivas de manutenção, obtendo um melhor controle, para evitar possíveis acidentes.

## 2. Revisão bibliográfica

Neste capítulo se faz uma revisão bibliográfica com o intuito de contextualizar o assunto abordado com o objetivo deste trabalho. Primeiramente, se caracteriza os aços de Alta resistência e baixa Liga (ARBL), classificação dos aços da norma API, os efeitos do nióbio nos aços ARBL.

Após entender os aços utilizados neste trabalho, se entende o processamento dos materiais para a obtenção dos dutos. Posteriormente, se caracteriza a laminação controlada, fabricação dos tubos, e solda destes tubos, para a obtenção dos dutos.

Em seguida, se tem uma revisão de estudos da mecânica da fratura, onde se compreendem conceitos como fratura dúctil-frágil, tenacidade à fratura, e o parâmetro CTOD e o cálculo deste parâmetro.

Então, será estudado o fundamento da análise de EBSD (*eléctron back-scattered diffraction*) e a apresentação dos dados, e da bimodalidade.

### 2.1. Aço de Alta Resistencia Baixa Liga (ARBL)

A princípio, o projeto de estruturas era baseado, apenas, na resistência à tração do material e o principal elemento de liga era o carbono. Este material, embora de baixo custo, não apresenta boa tenacidade e soldabilidade (MELTER, 2015).

A necessidade do desenvolvimento de aços de alta resistência, de elevada soldabilidade e consideráveis níveis de ductilidade e tenacidade, levou ao desenvolvimento dos aços de alta resistência e baixa liga, ARBL. Para isto, o teor de carbono foi progressivamente reduzido e a elevação da resistência e a melhoria da tenacidade têm sido conseguida pela adição de elementos de liga.

Em alguns setores industriais, como o setor automobilístico e petroquímico, a utilização de processos de união por soldagem é inevitável. Devido a isso, vários estudos têm sido realizados para avaliar a influência de adição de elementos de liga na composição microestrutural dos metais de solda com alta resistência e baixa liga.

Os aços de alta resistência e baixa liga, ou aços microligados, ou ainda, *high*

*strength low alloy*, possuem a adição de pequenas quantidades de nióbio, vanádio e tinânio. Esses elementos são formadores de carbonetos, nitretos e carbonitretos, os quais podem aumentar consideravelmente a resistência mecânica dos aços por precipitação na matriz e por ancoramento dos contornos de grão, resultando em uma microestrutura de grãos finos. Na adição destes elementos de liga, a temperabilidade do metal de solda aumenta sensivelmente (FRANCISCO, 2015).

A Norma API (*American Petroleum Institute*), define um grupo de aços baixo carbono, laminado e normalizado e com pequenas quantidades de elementos de liga que garante um limite de escoamento de 275 MPa, além disso, garante melhores níveis de resistência mecânica, boa relação resistência mecânica/tenacidade, soldabilidade e algumas vezes melhor resistência à corrosão do que os aços carbonos laminados.

## 2.2. Classificação do aço API

Os tubos utilizados na indústria do petróleo e nos minerodutos são geralmente classificados segundo a Norma API em função de sua aplicação e sua resistência mecânica. O grau dos aços, segundo a Norma API 5L, abrange tubos adequados para transporte de água, gás e óleo para as indústrias de petróleo, levando em conta a rota de processamento do tubo (tubos sem costura, com costura, do tipo solda em espiral, etc.).

A Norma API 5L classifica os tubos para construção dos dutos com base nas suas propriedades mecânicas, dimensões, peso, composição química, carbono equivalente e ensaios hidrostáticos. Os graus que são abrangidos pela norma em questão são: A25, A, B, X42, X46, X52, X56, X60, X65, X70 e X80, cujos graus são baseados na sua tensão de escoamento mínima. E os números após os graus identificados pela letra X, indicam a tensão de escoamento mínimo do grau, em ksi. Na Tabela 1 se encontra valores de tensão de escoamento mínima, resistência a tração mínima, e alongamento mínimo, de alguns graus desses aços.

Tabela 1 – Propriedades físicas de Aços grau API 5L

Grau API 5L	Tensão de escoamento mínima (MPa)	Tensão de escoamento mínima (ksi)	Resistência à tração mínima (MPa)	Resistência à tração mínima (ksi)	Alongamento mínima
<b>A</b>	207	30	331	48	28
<b>B</b>	241	35	414	60	23
<b>X42</b>	290	42	414	60	23
<b>X46</b>	317	46	434	63	22
<b>X52</b>	359	52	455	66	21
<b>X56</b>	386	56	490	71	19
<b>X60</b>	414	60	517	75	19
<b>X65</b>	448	65	531	77	18
<b>X70</b>	483	70	565	82	17

A versão mais recente da Norma API 5L, incorpora ainda dois níveis distintos de especificação de produtos, indicados como PSL1 e PSL2 (PSL – *product specification level*). A diferença básica entre um nível e outro é o rigor no detalhamento e nos requisitos técnicos: tubos enquadrados na especificação PSL2 devem apresentar, por exemplo, controle mais estreito da composição química do material e valores definidos de tenacidade e resistência à tração (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2000). Na Tabela 2 compara as diferenças dos níveis de especificações técnicas. As especificações PSL2 x70 limita os valores de carbono em no máximo 0,22%; o manganês no máximo 1,64%; o fósforo no máximo 0,025%; o enxofre em 0,015% e a soma de nióbio, vanádio e titânio deve ser menor que 0,15%.

Tabela 2 – Classificação para aços API.

Parâmetro	PSL1	PSL2
<b>Grau</b>	A25 até X70	B até X80
<b>Tipo de extremidade do Tubo</b>	Rosca, bisel, topo e especial	Topo
<b>Soldagem do cordão</b>	Qualquer processo	Qualquer processo, exceto soldagem a laser
<b>Máxima %C para tubos sem costura</b>	0,28% para grau B e superior	0,24%
<b>Máxima %C para tubos com costura</b>	0,26% para grau B e superior	0,22%
<b>Máxima %P</b>	0,030% para grau A e superior	0,025%
<b>Máxima %S</b>	0,030%	0,015%
<b>Carbono equivalente</b>	Sob exigência do cliente	Máximo para cada grau
<b>Limite de Escoamento máx.</b>	Não especificado	Máximo para cada grau
<b>Limite de Resistência máx.</b>	Não especificado	Máximo para cada grau
<b>Tenacidade a Fratura</b>	Não especificado	Exigida para todos os graus
<b>Inspeção não destrutiva do cordão de solda</b>	Não obrigatória	Obrigatória
<b>Reparo por soldagem do corpo do tubo</b>	Permitido	Não permitido
<b>Rastreabilidade</b>	Não obrigatória	Obrigatória

### 2.3. O efeito do nióbio nos aços

O nióbio (Nb) é um dos principais elementos de liga dos aços microligados, sendo quase obrigatório seu uso nos aços ARBL. Pequenos teores desse elemento

aumentam o limite de resistência e o limite de escoamento dos aços, permitindo diminuir os teores de carbono e manganês. Ele é utilizado para se refinar o grão durante a laminação a quente e nas fases de austenitização dos tratamentos térmicos subsequentes. Proporciona ainda algum endurecimento por precipitação no envelhecimento (GOMI; MEI, 2003).

O nióbio é um elemento importante nos aços ARBL, pois aumenta simultaneamente a resistência mecânica e a tenacidade através do refino de grão. Nessas ligas com teores baixos de carbono, há um significativo teor de nióbio em solução sólida (METLER, 2015).

Durante a fase de acabamento da chamada laminação controlada, ocorre uma virtual “laminação a frio” da austenita, cujos grãos ficam completamente achatados e encruados imediatamente antes de sua transformação, proporcionando inúmeros pontos propícios para a nucleação de ferrita durante o resfriamento posterior. Desta forma, ela dá origem a uma microestrutura ferrítica intensamente refinada (FRANCISCO, 2015).

#### 2.4. Processamento dos aços ABRL para obtenção de dutos

Dentre os aços ARBL, encontram-se os de estrutura ferrítica-perlítica, que com uma pequena adição de elementos de liga, tais como nióbio (0,02% de Nb pode aumentar o limite de escoamento entre 70 e 100 MPa) vanádio e titânio, e sob o processo de laminação controlada, tem sua resistência mecânica aumentada (os valores típicos de limite de escoamento estão entre 345 e 620 MPa) sem que seja necessário aumentar as quantidades de carbono ou manganês (elementos prejudiciais à soldabilidade e tenacidade) (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1990).

Segundo SILVA TELLES (2001), o termo tubulação é bastante amplo e refere-se aos componentes industriais representados pelo conjunto de dutos, válvulas, bombas controladoras de fluxo, entre outros. Um duto, por sua vez, é entendido como um equipamento industrial formado pela montagem sucessiva de vários segmentos

iguais, resultando em uma linha de condução efetiva de fluido (gás ou líquido). Finalmente, o tubo é a unidade básica para a construção de dutos, fabricados com diferentes materiais e comprimentos e comumente unidos uns aos outros através de solda circumferencial.

A seguir estão descritos divididos os processos de fabricação em laminação controlada, fabricação de dutos e soldagem circumferencial.

#### 2.4.1. Laminação controlada

A laminação controlada é um procedimento pelo qual os vários estágios de laminação têm temperatura controlada, quantidade de redução pré-determinada em cada passe e temperatura de acabamento precisamente definida. Este processamento é largamente utilizado para obtenção de aços destinados a dutos, pontes, estruturas *off-shore*, e outras aplicações de engenharia (SILVA, 2004).

Há algumas décadas a laminação controlada de aços microligados é praticada industrialmente com grande sucesso. Este tratamento termomecânico basicamente toma partido da supressão da recristalização da austenita entre os passes de deformação a quente que ocorrem sob temperaturas relativamente baixas (PLAUT; GOMI; NAKSHIMA; PEREIRA; SILVEIRA, 2009).

Esse fenômeno metalúrgico diminui significativamente o tamanho de grão de austenita e aumenta seu grau de encuramento, dando origem após sua transformação, a uma microestrutura ferrítica final igualmente refinada, elevando o limite de escoamento e sobremaneira a tenacidade dos produtos final. A Figura 1 faz uma comparação de um processo de laminação convencional com a laminação controlada.

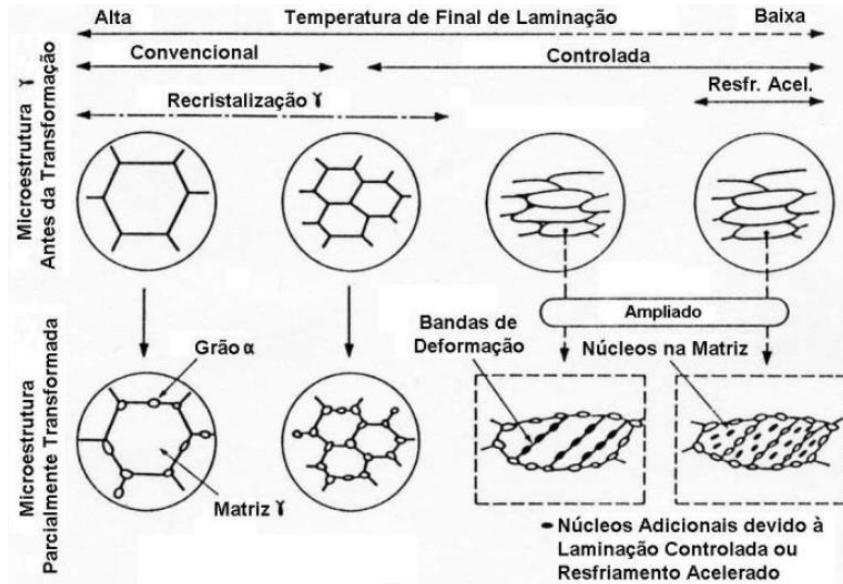


Figura 1 – Comparação entre laminação convencional com a laminação controlada.  
Fonte: Kozasu, 1992.

STUART (1991) especifica dois processos de laminação a quente que são utilizados para a obtenção dos aços ARBL, na procura do refinamento do tamanho de grão: laminação convencional controlada (*Conventional controlled rolling – CCR*) e laminação por recristalização controlada (*Recrystallization-controlled rolling – RCR*).

O processo CCR envolve uma primeira laminação entre 1100°C e 1200°C e uma segunda laminação a temperatura mais baixa entre 700°C a 900°C. Os aços projetados para o processo CCR contêm quantidades importantes de nióbio, pois este elemento de liga é mais efetivo na inibição do crescimento de grão da austenita na recristalização.

O processo RCR representa um método de produzir ferrita com tamanho de grão muito fino com temperaturas de laminação entre 900°C e 1100°C. Este processo envolve controle do crescimento de grão da austenita durante o reaquecimento, repetida deformação acima da temperatura de recristalização, e inibição do crescimento do grão durante e depois da laminação. Depois do último passe de laminação, os grãos finos de austenita recristalizada transformam-se em grãos muito finos de ferrita. Resfriamento acelerado depois da laminação é muitas vezes usado com o processo RCR para maximizar a taxa de nucleação da ferrita.

#### 2.4.2. Fabricação de dutos

Segundo a Norma API 5L, o processo de fabricação dos tubos utilizados na construção dos dutos para transporte de produtos da indústria de óleo e gás pode ser dividido em duas categorias: sem costura (*seamless*) ou com costura (*welded*).

Os tubos sem costura são obtidos sem a utilização de soldagem do material, caracterizando assim o material sem o cordão de solda ao longo do seu comprimento. E os tubos com costura são obtidos com a utilização de soldagem do material, são mais utilizados para tubos com diâmetros maiores. Esses tubos são fabricados a partir de chapas finas ou grossas, bobinas ou tiras metálicas. Estas chapas são conformadas mediante uma matriz que flexiona suas bordas e dá a elas a geometria final do tubo, ou ainda, por meio de calandragem da chapa em forma helicoidal. Apresentando assim soldas longitudinal ou helicoidal.

No caso dos tubos sem costuras, existem basicamente 3 processos de fabricação: o processo de extrusão, utilizado principalmente com materiais de alta ductilidade, como o alumínio, cobre, aço e chumbo; o processo de fundição, utilizado para tubos em ferro fundido, e alguns aços especiais não forjáveis; e o processo de produção por tubo penetrante rotativo, por laminação, principal processo da produção de tubos sem costura no segmento de óleo e gás, devido à capacidade de produzir tubos de grande diâmetro; quaisquer outros além desses são resultante de algumas modificações (MELTER, 2015). O processo mais conhecido por tubo penetrante rotativo é o processo Mannesmann (Figura 2).

Os tubos com costuras podem ser divididos em dois tipos de processos de soldagem: longitudinal e helicoidal. E dentro da soldagem longitudinal de tubos em fábrica podem ser divididos ainda em dois processos: Soldagem por Arco submerso (*Submerged Arc Welding – SAW*), também conhecida como UOE, e a soldagem por Resistência Elétrica (*Electric resistance welding – ERW*).

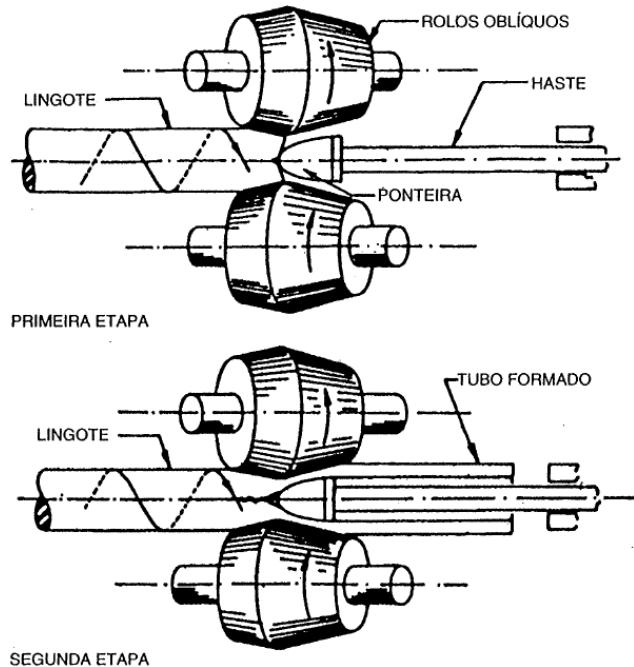


Figura 2 – Processo de fabricação de tubo pelo processo Mannesmann. Fonte: Telles, 2012.

O processo denominado UOE, possui esse nome devido às suas três principais etapas, conformação da chapa adquirindo o formato de “U”, fechamento e adquirindo o formato “O”, e expansão a frio “E” para ajustar o diâmetro. Este processo em linha de fabricação está representado na Figura 3.

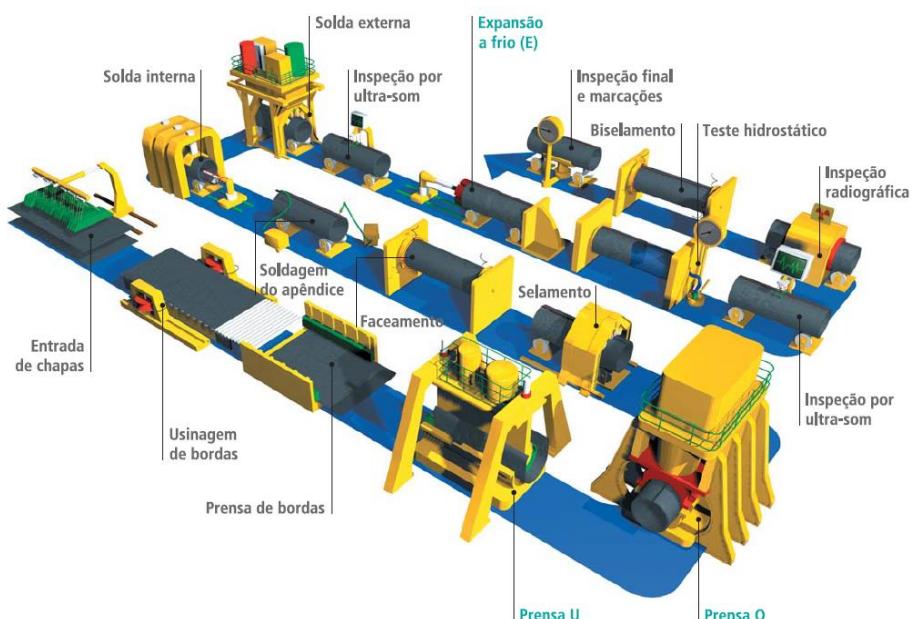


Figura 3 – Linha de fabricação pelo processo UOE. Fonte: Tenaris Confab (2015).

Na fabricação contínua a partir de uma bobina, a circunferência do tubo é a largura da bobina, que deverá por isso ser cortada e aparada na largura exata, depois do desbobinamento e aplainação. O tubo é formado por meio de rolos conformadores que comprimem a chapa sucessivamente em duas direções; a soldagem é feita por resistência elétrica (ERW) e depois geralmente submetida a tratamento térmico, passando em seguida o tubo por rolos de calandragem e desempeno (FRANCISCO, 2015). A Figura 4 está representando a linha de produção por este processo.

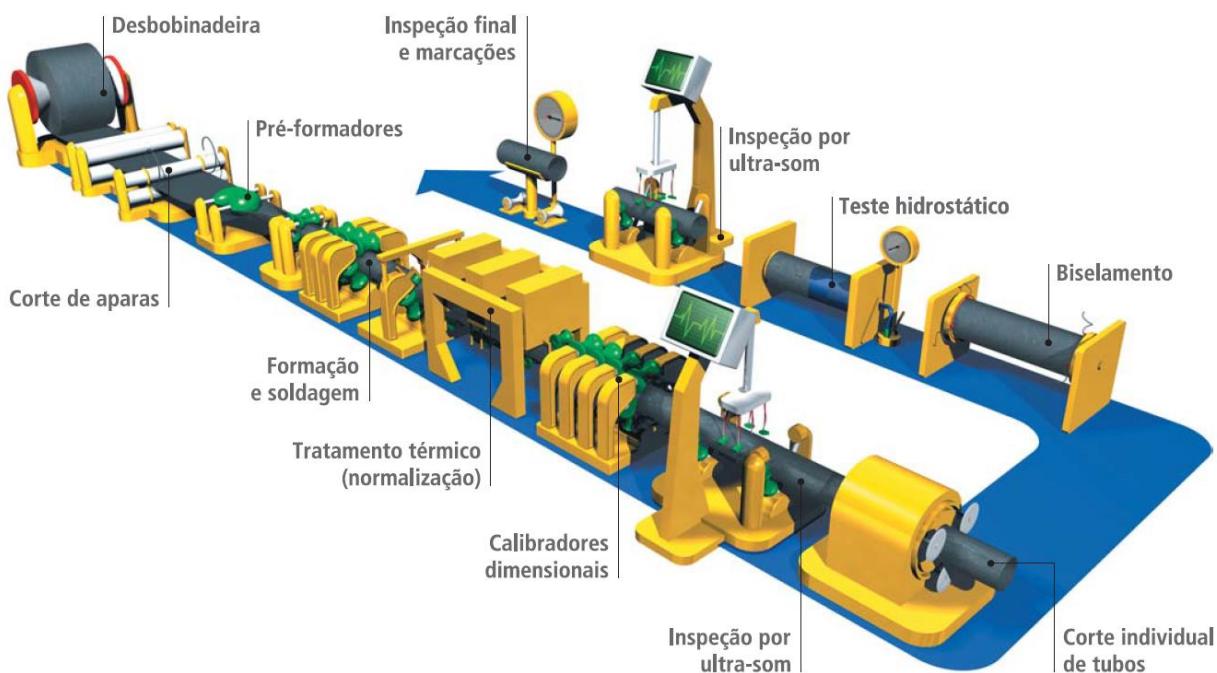


Figura 4 - Linha de produção de tubos pelo processo ERW. Fonte: Tenaris Confab (2015).

Com a solda helicoidal, a matéria-prima é sempre uma bobina, para a fabricação contínua, qualquer que seja o diâmetro do tubo. Isso permite a esse processo a fabricação de tubos sem limitação de diâmetro, mesmo muito grandes. A bobina é enrolada sobre si mesma, sendo a largura da bobina igual à distância entre duas espiras sucessivas de solda (Figura 5). Este processo é conhecido como SAWH (Helicoidal Submerged Arc Welding).

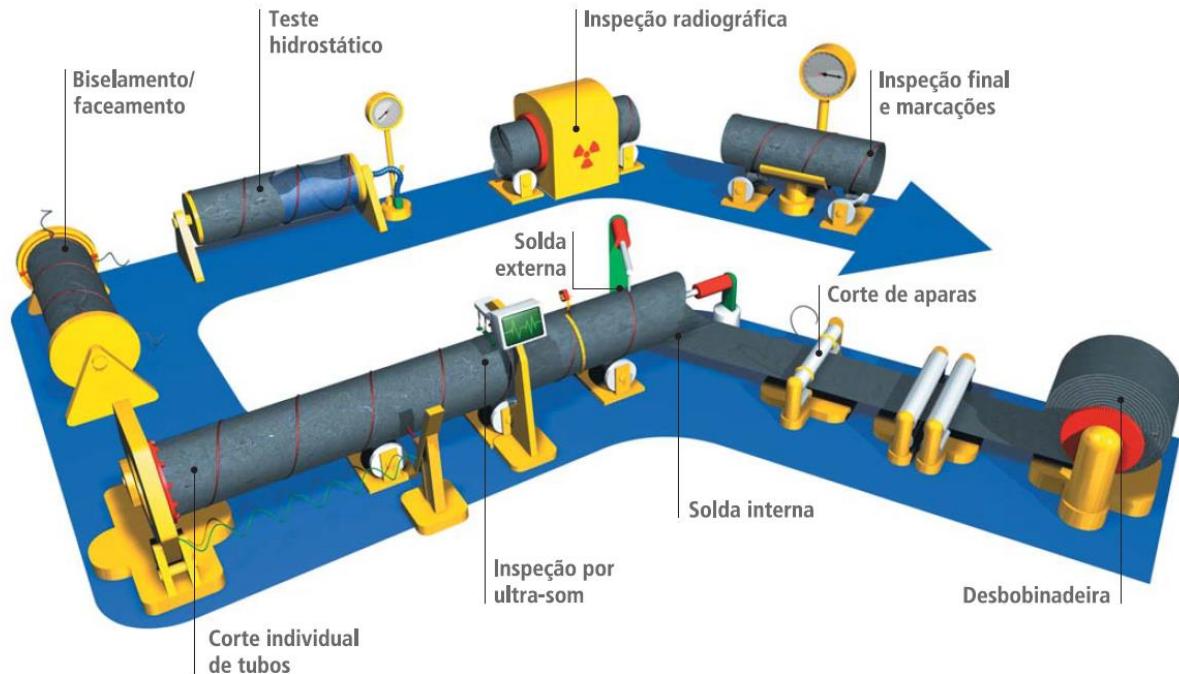


Figura 5 - Linha de fabricação de tubos pelo processo SAWH. Fonte: Tenaris Confab (2015).

#### 2.4.3. Soldagem circumferencial

A soldagem entre seções de tubos para fabricação de dutos, usados para o transporte de produtos petroquímicos, depende do local onde eles serão instalados, ou seja, em terra (*onshore*) ou no mar (*offshore*). Dutos *offshore*, podem ser soldados dentro dos barcos e, na sequência, submersos no leito do mar. Apesar da praticidade da soldagem nos barcos a soldagem em terra destes dutos é mais viável economicamente, além de permitir a inspeção mais detalhada das soldas realizadas (MELTER, 2015).

A soldagem circumferencial empregada normalmente em campo utiliza metal de aporte, não é aplicada pressão para lograr a junta, e depende de um arco elétrico como fonte de calor. Os três processos que comumente se utilizam são: soldagem a arco com eletrodo revestido, soldagem por arco submerso e soldagem a arco com proteção por gás e eletrodo consumível.

Os requisitos para juntas soldadas encontram-se descritos na norma API 1104 (2014), *Welding of Pipelines and Related Facilities*. O propósito desta norma é

apresentar métodos para a produção de soldas de alta qualidade através do uso de operários de soldagem qualificados, procedimentos de solda, materiais e equipamentos aprovados.

## 2.5. Fratura dúctil e fratura frágil

Há duas formas principais de fratura em materiais estruturais. A primeira delas é a fratura frágil, caracterizada pela súbita separação das faces do defeito e pelo aspecto granular da superfície de fratura. A segunda forma de fratura é denominada de dúctil e é característica de aços de alta tenacidade. Este tipo de fratura apresenta grande deformação plástica na frente de trinca antes da propagação do defeito, o qual, inicialmente, cresce de forma estável. Os principais fatores que determinam o modo de fratura são a temperatura de operação, características metalúrgicas e o estado tensional (FRANCISCO, 2009).

As fraturas podem ser identificadas por aspectos macroscópicos e microscópicos, onde os aspectos microscópicos são classificados em três tipos: coalescimento de microvazios, clivagem e intergranular. A fratura por coalescimento de microvazios é característico de fratura dúctil, enquanto a clivagem e o intergranular é característico de fratura frágil. Na Figura 6 estão as imagens obtidas por um microscópio eletrônico de varredura (MEV) indicados de cada mecanismo de falha.

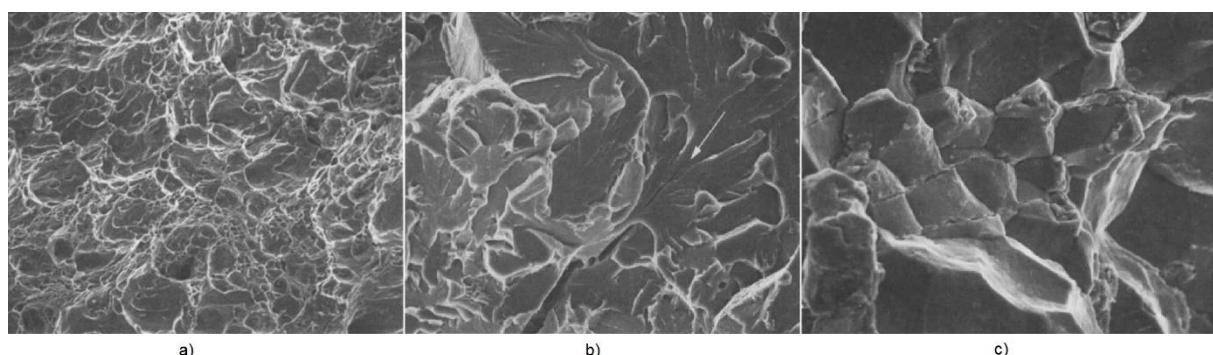


Figura 6 – Mecanismo de falha por: a) coalescimento de microvazios b) clivagem c) Intergranular.  
Fonte: Wulpi (2000)

Os termos dúctil ou frágil são relativos, pois o mesmo material pode apresentar os dois comportamentos em situações distintas. A ductilidade é uma função da temperatura do material, da taxa de deformação e do estado de tensão, além da microestrutura (por exemplo, impurezas) do material.

A temperatura de transição frágil-dúctil é a temperatura na qual o modo de fratura muda de dúctil para frágil, ela é uma importante propriedade a ser analisada no projeto de oleodutos e tubulações para petróleo e seus derivados, ocorrendo apenas em metais com estrutura do tipo cúbico de corpo centrado (CCC).

## 2.6. Tenacidade à fratura

A propriedade de tenacidade pode ser definida como a resistência à propagação de um defeito (tipo trinca), e representa a capacidade do material em absorver energia mecânica sem fraturar.

Com a avaliação do efeito da concentração de tensões na ponta de um defeito, dá origem à mecânica da fratura linear elástica. Considerando um material de comportamento elástico-linear homogêneo descreve a distribuição de tensões na região à frente de uma trinca passante em uma chapa carregada em tração.

É adequado o emprego da mecânica da fratura linear elástica no estudo de fratura frágil, onde a resposta do material é essencialmente linear-elástica até a fratura instável. Porém para materiais que apresentem alta tenacidade é preciso utilizar a mecânica da fratura elasto-plástica.

O aumento da plasticidade na região da ponta da trinca com o aumento do carregamento da estrutura representa, em termos genéricos, a dissipação do trabalho das forças externas na forma de energia de deformação plástica. Consequentemente, uma estrutura dúctil contendo um defeito suporta elevados níveis de carga, mesmo após a iniciação e propagação estável da fratura. Por isso, em muitos materiais é virtualmente impossível caracterizar o comportamento à fratura através da mecânica da fratura elástica linear (MFEL) (FRANCISCO, 2009).

Dentro do contexto da mecânica da fratura elasto-plástica, os parâmetros de caracterização de fratura para os materiais plasticamente deformáveis como o

parâmetro CTOD, descrito a seguir, e a integral J apresentam larga aplicabilidade.

## 2.7. Parâmetro CTOD

Quando Wells tentou medir o valor de tenacidade à fratura  $K_{IC}$  em uma série de aços estruturais, notou que estes materiais eram muito tenazes para serem caracterizados pela MFEL. Ou seja, atingiram um grau de plastificação na ponta da trinca que invalidava a aplicação da teoria linear elástica.

Ao examinar os corpos-de-prova faturados, Wells percebeu que o grau de arredondamento da ponta da trinca era proporcional à tenacidade do material. Esta observação o levou a propor o parâmetro CTOD (Crack Tip Opening Displacement) como uma medida de tenacidade à fratura do material.

Há uma série de definições alternativas para o parâmetro CTOD, sendo que as duas mais comuns estão apresentadas na Figura 8, indicada abaixo. Estas são denominadas como deslocamento na ponta original da trinca e o deslocamento na intersecção do vértice de  $90^\circ$  com o flanco da trinca (intercepto a  $90^\circ$ ). A última é mais utilizada em análises numéricas por elementos finitos (ANDERSON, 1995).

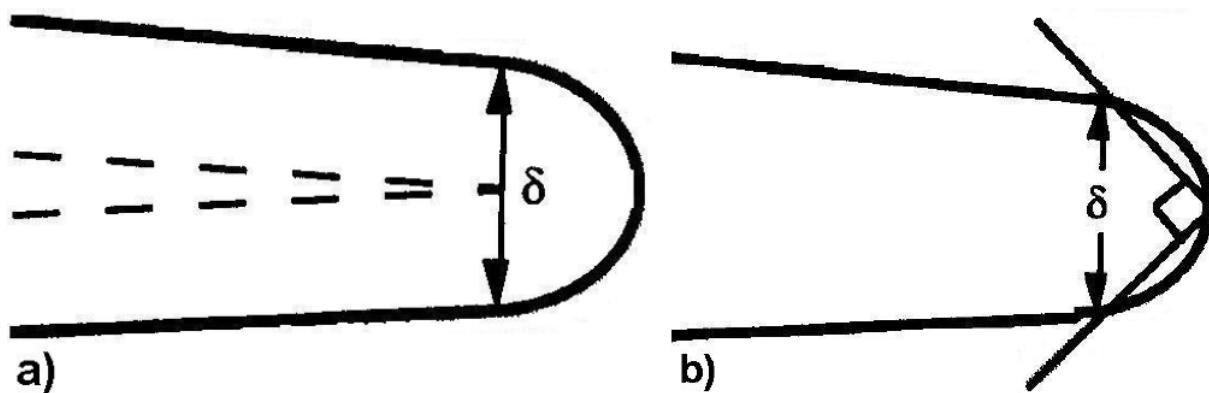
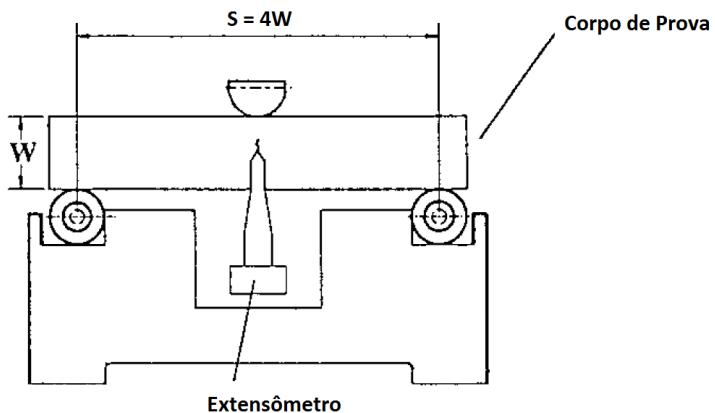


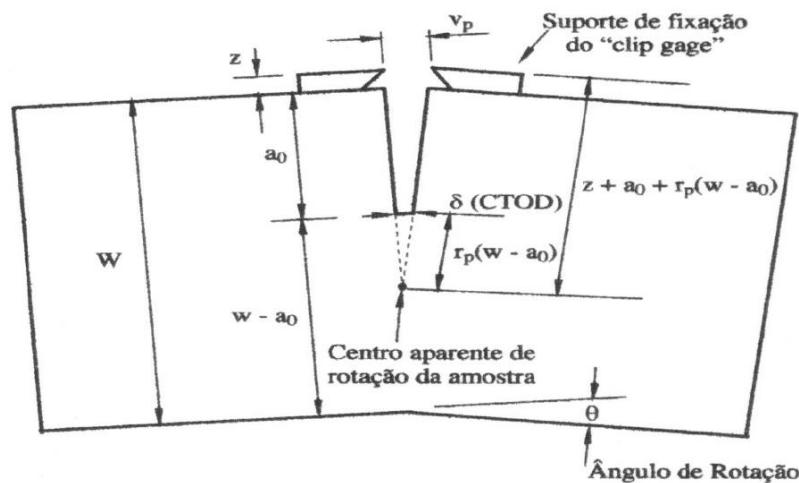
Figura 7 – Definições alternativas para o parâmetro CTOD, a) Deslocamento na ponta original da trinca e b) Deslocamento na intersecção do vértice de  $90^\circ$  com o flanco da trinca. Fonte: Anderson (1995).

O parâmetro de tenacidade CTOD, é baseado na medida da abertura da ponta da trinca, e é obtido a partir da medida do deslocamento  $V_p$  realizada por um “clip-

gage” devidamente instalado na abertura do entalhe do corpo de prova (GUIMARÃES; HEIN; FILHO, 2001). A conversão do deslocamento  $V_p$  obtida pelo “clip-gage” para o valor do CTOD no ensaio de flexão de três pontos do tipo SE(B) (*Single-edge bend* que se encontra na *Figura 9*) é realizada através da determinação de um centro de rotação do corpo de prova situado abaixo da trinca, ilustrado pela *Figura 10*.



*Figura 8 – Posicionamento do corpo de prova para o ensaio de tenacidade a fratura do tipo SE(B).*  
Fonte: ASTM (2013).



*Figura 9 – Representação esquemática de abertura da trinca durante um ensaio de flexão em um corpo de prova do tipo SE(B).*

Esse centro de rotação é gerado pelo carregamento aplicado à amostra, que provoca uma deformação em torno de um ponto denominado como centro aparente de rotação. Através da análise da *Figura 10*, verifica-se que o valor do CTOD ( $\delta$ ) pode

ser facilmente determinado por semelhança de triângulos e calculado, a partir do deslocamento de abertura da boca da trinca  $V_b$ , conforme a Equação 1.

$$\frac{\delta}{V_p} = \frac{r_p(W-a_0)}{r_p(W-a_0)+a_0+z} \quad (1)$$

O parâmetro CTOD tem a desvantagem de não ser um parâmetro adequado de campo de tensão (parâmetro global), portanto não descreve convenientemente o campo de tensões e deformações ao redor da ponta da trinca. Entretanto, o CTOD ainda é largamente utilizado no estudo de fratura de estruturas e materiais soldados. Ele é indicado para materiais que apresentam mudança de comportamento (transição dúctil-frágil) com o decréscimo da temperatura.

## 2.8. Cálculo do parâmetro CTOD

Segundo a norma ASTM E1820-13, no teste do método básico, o cálculo do CTOD no ensaio SE(B) em qualquer ponto da curva força *versus* deslocamento (Figura 11) é feito com a Equação 2.

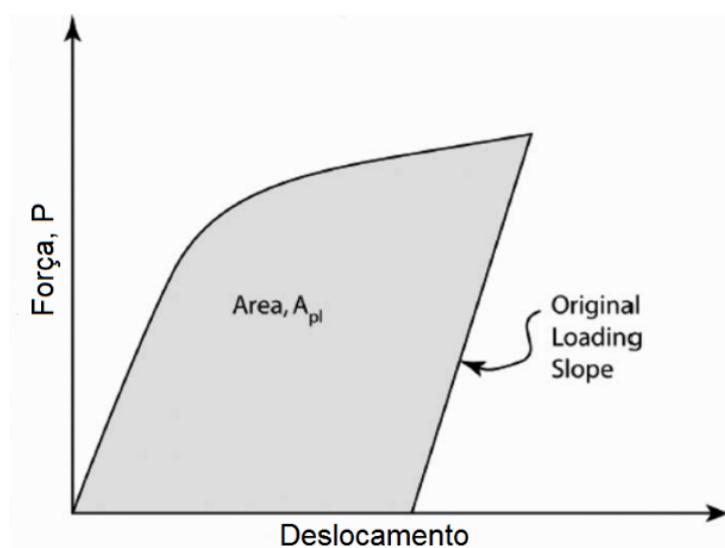


Figura 10 – Curva força versus deslocamento. Fonte: ASTM (2013).

$$\delta = \frac{J}{m\sigma_y} \quad (2)$$

Onde  $m$  é um fator de correção do crescimento da trinca que está definida na Equação 3,  $J$  é outro parâmetro utilizado para calcular tenacidade a fratura, que está descrita na Equação 4, e  $\sigma_y$  é definida na norma como tensão de escoamento efetiva que pode ser calculado pela Equação 5.

$$m = A_0 - A_1 \left( \frac{\sigma_{YS}}{\sigma_{TS}} \right) + A_2 \left( \frac{\sigma_{YS}}{\sigma_{TS}} \right)^2 - A_3 \left( \frac{\sigma_{YS}}{\sigma_{TS}} \right)^3 \quad (3)$$

$$J = J_{el} + J_{pl} \quad (4)$$

$$\sigma_Y = \frac{\sigma_{YS} + \sigma_{TS}}{2} \quad (5)$$

Onde  $A_0$ ,  $A_1$ ,  $A_2$  e  $A_3$  são constantes definidas pelas Equações 6, 7, 8 e 9 respectivamente. O  $\sigma_{YS}$  e o  $\sigma_{TS}$  são a tensão de escoamento e o limite de resistência, respectivamente, do material. E  $J_{el}$  e  $J_{pl}$  são as componentes elástica e plástica de  $J$ , respectivamente, calculadas pelas Equações 10 e 11.

$$A_0 = 3,18 - 0,22 \frac{a_0}{W} \quad (6)$$

$$A_1 = 4,32 - 2,23 \frac{a_0}{W} \quad (7)$$

$$A_2 = 4,44 - 2,29 \frac{a_0}{W} \quad (8)$$

$$A_3 = 2,05 - 1,06 \frac{a_0}{W} \quad (9)$$

$$J_{el} = \frac{K^2(1-\nu^2)}{E} \quad (10)$$

$$J_{pl} = \frac{\eta_{pl} A_{pl}}{B_N b_0} \quad (11)$$

Onde  $a_0$  é o tamanho da trinca inicial que está representada na Figura 10, e está representada nesta figura também  $W$  que é a largura do corpo de prova. Os valores  $\nu$  e  $E$  são, respectivamente coeficiente de Poisson, e o módulo de Young que são constantes do material.  $K$  é um fator de intensidade de tensão, sendo calculado pela Equação 12. O valor de  $A_{pl}$  é a área abaixo da curva força *versus* deslocamento (Figura 11),  $\eta_{pl}$  é um fator calculado pela Equação 13,  $B_N$  é a espessura do corpo de prova (CP) líquido, quando não possui entalhe lateral esse valor é o mesmo que a espessura do CP (B). A dimensão  $b_0$  é o ligamento restante original, que é o valor da largura do corpo de prova descontado o valor da trinca inicial, conforme a Equação 14.

$$K = \left[ \frac{PS}{(BB_N)^{\frac{1}{2}} W^{\frac{3}{2}}} \right] f\left(\frac{a_0}{W}\right) \quad (12)$$

$$\eta_{pl} = 3,667 - 2,199 \left(\frac{a_0}{W}\right) + 0,437 \left(\frac{a_0}{W}\right)^2 \quad (13)$$

$$b_0 = W - a_0 \quad (14)$$

Onde P é a carga aplicada, S é distância entre os roletes no carregamento 3 pontos, que está representada na Figura 9, pela norma o seu valor é 4W. A função  $f(a_0/W)$  é calculada pela Equação 15.

$$f\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3\left(\frac{a_0}{W}\right)^{1/2} \left[ 1,99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2,15 - 3,93\left(\frac{a_0}{W}\right) + 2,7\left(\frac{a_0}{W}\right)^2\right) \right]}{2\left(1 + 2\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)^{3/2}} \quad (15)$$

## 2.9. *Electron Backscatter Difraction (EBSD)*

*Electron Backscatter Difraction (EBSD)* é uma técnica que se baseia no microscópio eletrônico de varredura (MEV) e que oferece informações cristalográficas da microestrutura da amostra. Esta técnica possui como vantagem a determinação da orientação de cada grão.

A seguir serão descritos a análise EBSD e os dados que são retirados desta análise.

### 2.9.1. A análise EBSD

A difração de elétrons é bem conhecida desde os primórdios da microscopia eletrônica no microscópio eletrônico de transmissão (MET) e é utilizada através do imageamento do plano focal, que permite identificar a orientação cristalográfica. Pode ser obtida através do método EBSD ou por canalização de elétrons “*electron channeling*”. Inicialmente limitada à análise de grãos individuais de metais (RANDLE 1992; DINGLEY ET AL 1995; RANDLE & ENGLER 2000), essas metodologias foram sendo progressivamente adaptadas para o uso em cerâmicas e minerais. O mapeamento da orientação cristalográfica da microestrutura só foi possível a partir da evolução de métodos computacionais suficientemente ágeis, para interpretar os milhares de padrões gerados em um mapeamento de alta resolução.

A preparação da amostra é crítica para obter um bom resultado do EBSD, é necessária uma superfície sem deformação para produzir uma boa difração de elétrons retro-espalhados padrão.

Nesta técnica uma amostra de superfície plana é polida e posicionada de forma inclinada em 20º em relação ao feixe de elétrons incidente. Esse posicionamento é realizado por meio da inclinação de 70º do plano do porta amostra, motivo pelo qual esse ângulo é mais frequentemente referido nas análises de EBSD. Quando o feixe de elétrons primário, com tensão de aceleração entre 10 – 30 KV, atinge a amostra provoca o retroespalhamento dos elétrons numa pequena camada superficial, os quais percorrem distintas trajetórias produzindo interferências destrutivas e construtivas, conforme condição estabelecida pela lei de Bragg. Um detector com tela de fósforo é posicionado próximo à amostra e captura o padrão de difração dos elétrons retroespalhados (FRANCISCO, 2015). Na Figura 12 pode-se verificar os principais componentes de um sistema EBSD.

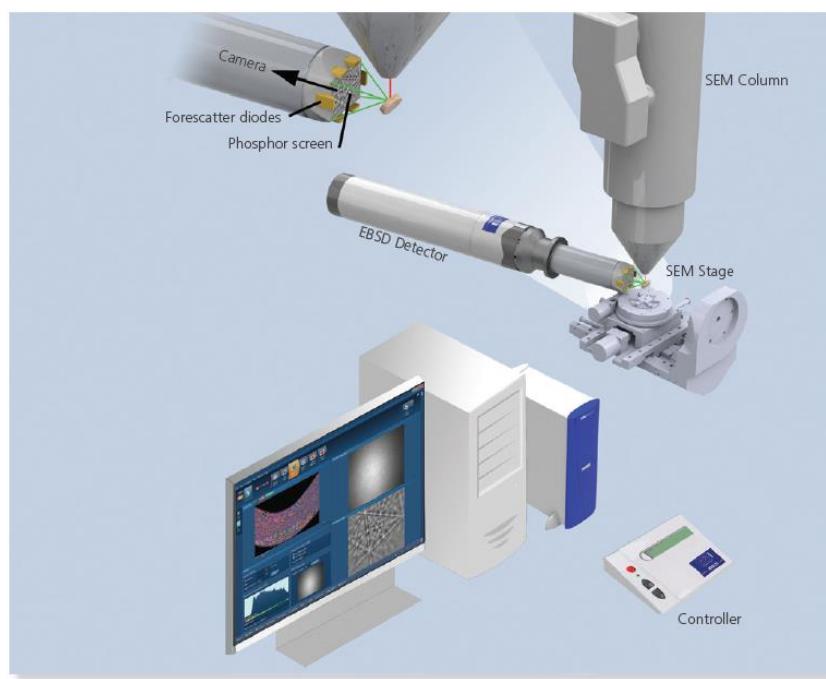


Figura 11 – Principais componentes de um Sistema EBSD. Fonte: Oxford Instruments (2015).

### 2.9.2. Apresentação dos dados

A projeção estereográfica é uma boa ferramenta para fazer projeções de orientações de três dimensões para duas dimensões. A projeção estereográfica é utilizada para fazer projeções dos planos cristalográficos da célula cristalina. E pode ser exemplificada com um cristal que está representado no lado esquerdo da Figura 13, que está orientado relativamente com a amostra e que está na figura no canto inferior esquerdo.

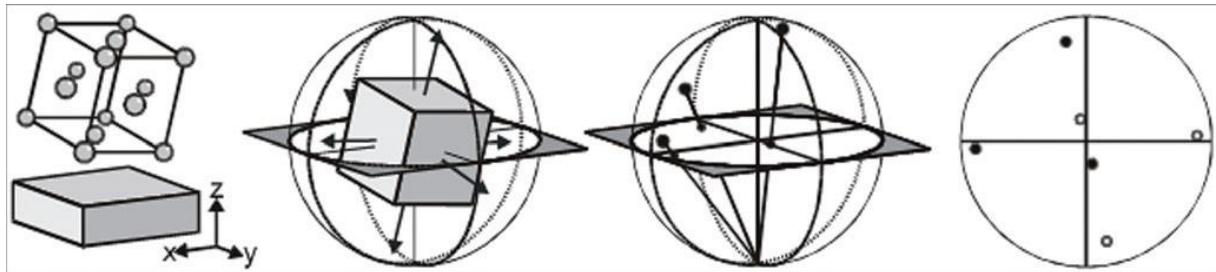


Figura 12 – Produção da projeção estereográfica de um cristal, que está orientando em relação a uma amostra. Fonte: Oxford Instruments (2015).

A projeção estereográfica plota a direção cristalográfica da amostra, à medida que a simetria da estrutura cristalina aumenta, a projeção pode ser representada por uma região equivalente menor, por exemplo em um cristal triclínico não existe simetria nas direções cristalográficas, então é necessária toda a projeção estereográfica para mostrar toda a possibilidade de direção cristalina, em contrapartida o corpo cúbico há 24 regiões equivalentes no círculo da projeção devido a sua simetria nas direções cristalográficas (OXFORD INSTRUMENTS 2015), que pode ser visto na Figura 14.

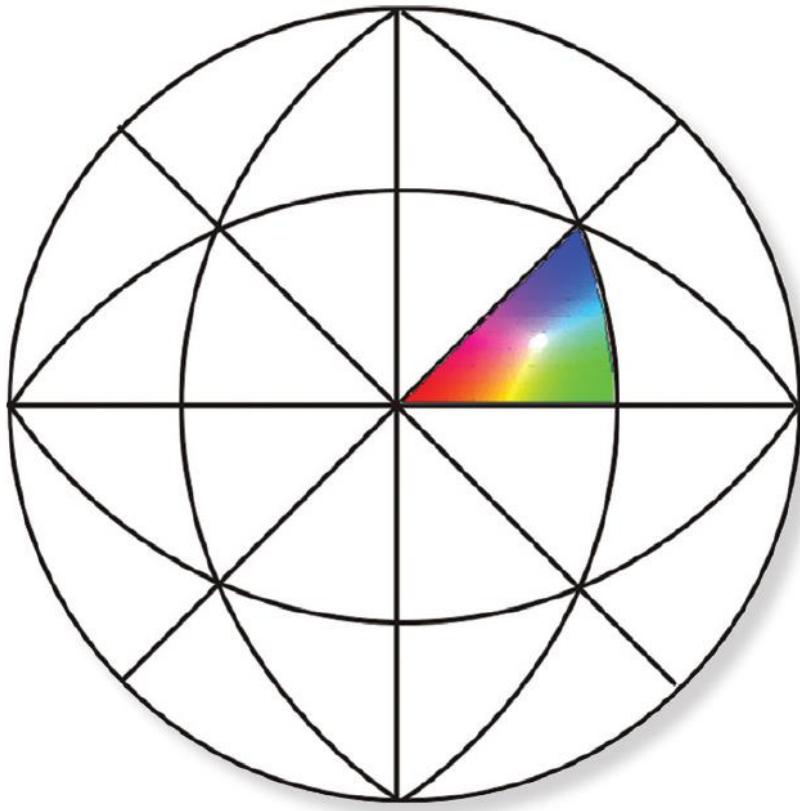


Figura 13 – Representação da região equivalente da projeção estereográfica em corpos cúbicos.  
Fonte: Oxford Instruments (2015).

## 2.10. Bimodalidade

Os diferentes processos de recristalização e crescimento de grão são classificados conforme o potencial termodinâmico (“*driving-force*”) que origina o processo (PADILHA, A. F.; SICILIANO JR, F. 1995). Se o potencial é a energia armazenada na deformação, o mecanismo é denominado recristalização primária. Se o potencial é a diminuição de energia de superfície, existem duas diferentes denominações, conforme a distribuição de tamanhos de grão durante o crescimento: crescimento normal de grão (distribuição normal de tamanhos de grão) ou crescimento anormal de grão (distribuição bimodal de tamanhos de grão), sendo este também chamado de recristalização secundária, que está demonstrado na Figura 15.

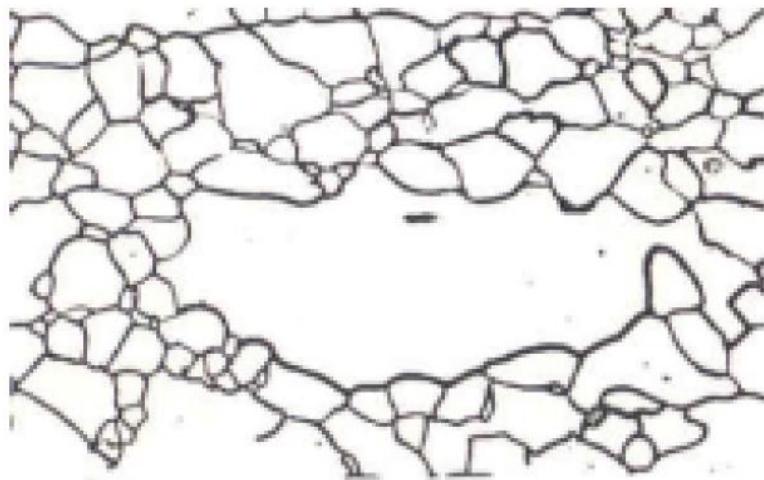


Figura 14 – Microestrutura de material mostrando uma estrutura bimodal. Fonte: ANTONIONE, C.; DELLA GATTA, G.; RIOTINO, G.; VENTURELLO, G. 1973.

Segundo a revisão da literatura da distribuição bimodal, em estrutura de grão de ferrita em fundição contínua e laminação controlada de placas grossas de aço microligados com Nb, pode ocorrer durante vários estágios do processamento: bimodalidade em estrutura fundida devido à mistura de finos grãos equiaxiais e grandes grãos colunares; bimodalidade de grãos de austenita durante o reaquecimento; bimodalidade durante laminação dentro da fase austenítica ou dentro da fase intercrítica (austenita+ferrita).

Segundo CHEN (1990), os grãos maiores da microestrutura influenciam a fratura por clivagem, quanto maior o tamanho do grão menor será a tensão para a fratura por clivagem. Então, em estrutura com grãos bimodais quanto maior os grãos ou quanto maior a região presente na matriz de grãos pequenos pode iniciar a fratura por clivagem.



### 3. Materiais e métodos

Este capítulo descreve os procedimentos realizados na prática, para obter os resultados apresentando neste trabalho.

A seção 3.1 descreve o material e os procedimentos para a obtenção deste, e a seção 3.2 a análise microestrutural do material.

A seção 3.3 descreve o ensaio de tenacidade a fratura onde se dividem em: 3.3.1 que descreve os corpos de prova e como foram obtidos, para depois na seção; 3.3.2 descreve os equipamentos para realizar a pré-trinca e o ensaio CTOD; na 3.3.3 descreve as pré-trincas realizadas; enquanto no 3.3.4, o ensaio para obter o parâmetro CTOD; 3.3.5 descreve a medição da trinca após a ruptura do CP.

E por fim, a seção 3.4 descreve a preparação das amostras e a realização da análise EBSD.

#### 3.1. Material

Os materiais utilizados neste estudo são aços microligados denominados, segundo a American Petroleum Institute API, aço API 5L X70, de fabricação da ACELORMITTAL® pelo processo HSM *Hot Strip Mill Process*. Foram obtidos por laminação a quente, onde os materiais estão com temperatura acima da temperatura de recristalização, envolvendo a deformação plástica do metal sob a força de compressão por um par de rolos, como indicado na Figura 16.

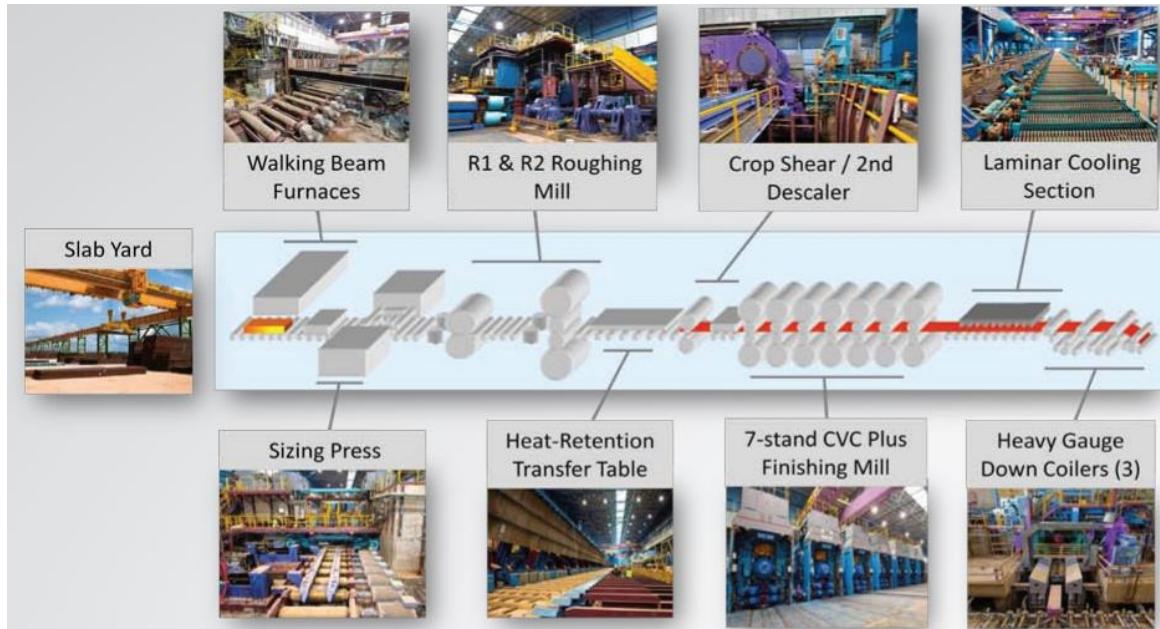


Figura 15 – Processo de laminação HSM para obter as bobinas de chapa aço API 5L X70. Fonte: AcelorMittal (2016).

O primeiro material denominado de normal nióbio (possuindo 0,06% em peso de nióbio) foi obtido de chapas de 500 mm de comprimento, 500 mm de largura e 16 mm de espessura. O segundo material denominado de alto nióbio (0,09% em peso de nióbio, valor acima do máximo aceito pela Petrobrás) foi obtido de um tubo conformado por solda helicoidal (SAW) com espessura de 14 mm, diâmetro de 823 mm e comprimento de 1500 mm, com subsequente processo de corte para obter chapas, que pode ser visto na Figura 17c, para realizar o processo de união por soldagem.

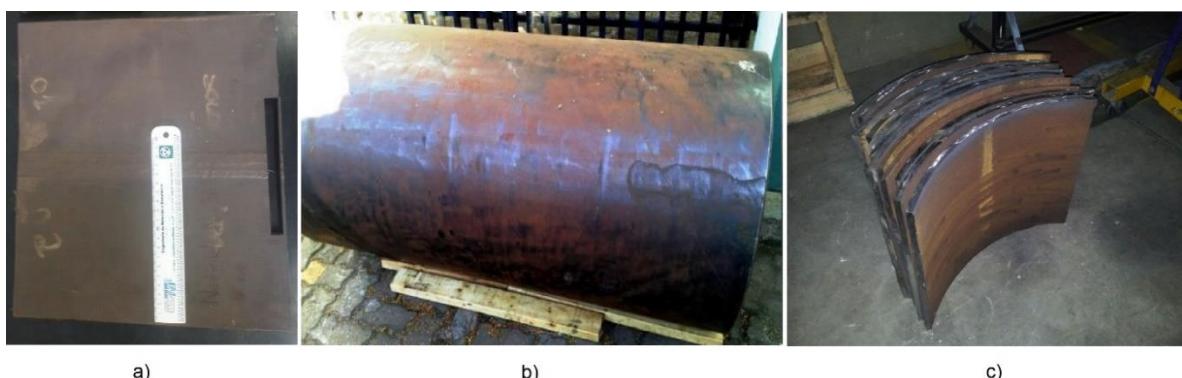


Figura 16 – a) Chapa de material normal nióbio b) tubo conformado por solda helicoidal com material alto nióbio c) chapas feitas com o tubo de alto nióbio.

Pelo processo de fabricação dos tubos de alto nióbio o sentido de laminação é de fácil obtenção, sendo paralelo ao sentido de solda helicoidal do tubo, conforme a Figura 18.

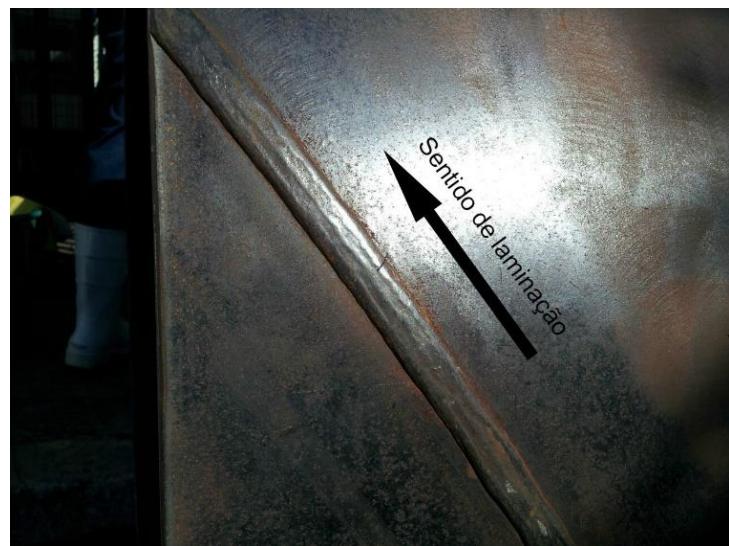


Figura 17 – Sentido de laminação da chapa de alto nióbio

Estas chapas foram unidas pelo processo de união por solda conforme norma API 1104 e a Especificação do Procedimento de Soldagem (EPS), que foi realizado pela PETROBRAS. Então foi realizada análise metalográfica do aço normal nióbio para a obtenção do sentido de laminação.

### 3.2. Análise metalográfica

Foi realizada a análise metalográfica no aço normal nióbio para identificar o sentido de laminação, sendo cortadas três peças nos planos D, E e F da chapa laminada conforme a Figura 19. O Plano D foi denominado de topo, o plano E foi denominado de paralelo, pois foi obtido paralelo a ao plano da solda realizada pela PETROBRAS. E por último o plano F denominado perpendicular.

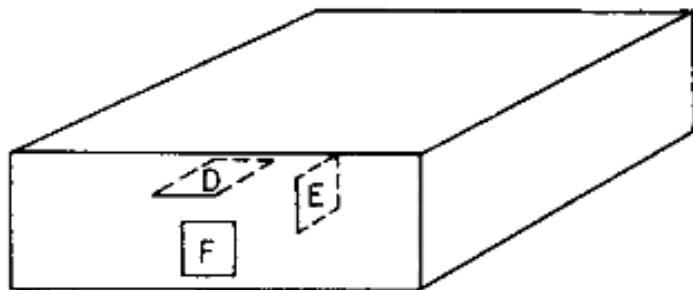


Figura 18 – Representação dos planos de corte na chapa de normal nióbio. Fonte: ASTM (2011)

Após os cortes nos planos desejados, as peças foram embutidas em baquelite, então lixadas nas lixas #80, #120, #320, #500, #600 e #1200, e então polidas com óxido de cromo. Por fim, atacou-se com Nital 2% (2ml ácido nítrico + 98ml Álcool Etílico) para revelar a microestrutura do metal. A microestrutura foi analisada utilizando microscopia ótica, com a ajuda de um sistema computadorizado de análise de imagens.

### 3.3. Ensaio de tenacidade à fratura

O ensaio de tenacidade à fratura foi realizado de acordo com a norma ASTM E1820, sendo o ensaio realizado com os materiais descritos na seção 3.1, utilizando o parâmetro CTOD para o cálculo, em dois sentidos de orientações diferente, e em 2 temperaturas diferentes, uma delas em temperatura ambiente e outra em baixa temperatura, conforme descrito a seguir.

#### 3.3.1. Preparação dos corpos de prova

Os corpos de prova foram obtidos a partir das chapas metálicas, onde se retiraram 8 CPs de cada material, sendo que destes, 4 CPs foram na direção T-L e 4 na direção L-T. Essas orientações podem ser visualizadas na Figura 20. Na sequência, a Tabela 3 demonstra a origem dos corpos de prova e o ensaio realizado.

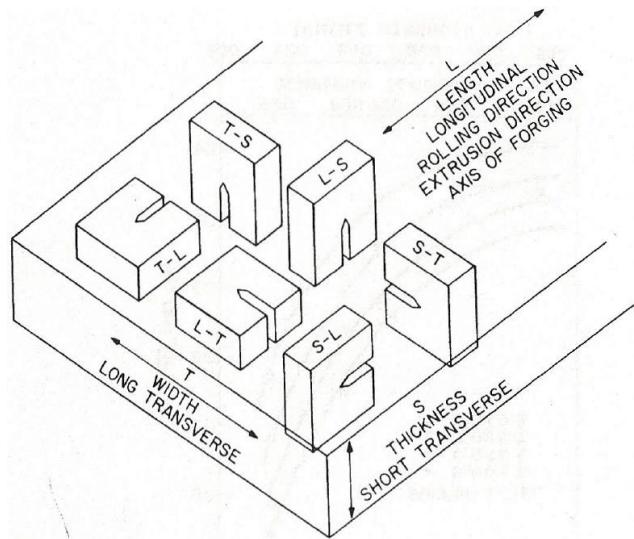


Figura 19 – Orientações dos corpos de prova conforme o sentido de laminação. Fonte: DOWNLING. (2007)

Tabela 3 – Origem dos corpos de prova

ENSAIO	ORIGEM	REGIÃO DE RETIRADA	QTDE
CTOD	CHAPA ESP. 14MM ALTO NIÓBIO 0,09%	LONGITUDINAL DO SENTIDO DE LAMINAÇÃO T-L	4
	CHAPA ESP. 14MM ALTO NIÓBIO 0,09%	TRANSVERSAL DO SENTIDO DE LAMINAÇÃO L-T	
TIPO SE(B)	CHAPA ESP. 16MM NORMAL NIÓBIO 0,06%	LONGITUDINAL DO SENTIDO DE LAMINAÇÃO T-L	4
	CHAPA ESP. 16MM NORMAL NIÓBIO 0,06%	TRANSVERSAL DO SENTIDO DE LAMINAÇÃO L-T	
a/w=0,5	CHAPA ESP. 16MM NORMAL NIÓBIO 0,06%	TRANSVERSAL DO SENTIDO DE LAMINAÇÃO L-T	4

Os CPs foram usinados, para a realização dos ensaios SE(B). As dimensões dos CPs estão na Figura 21. As principais dimensões são: 54 mm de comprimento, 12 mm de largura, 6 mm de espessura, e a relação a/W é 0,5, denominado de trinca longa.

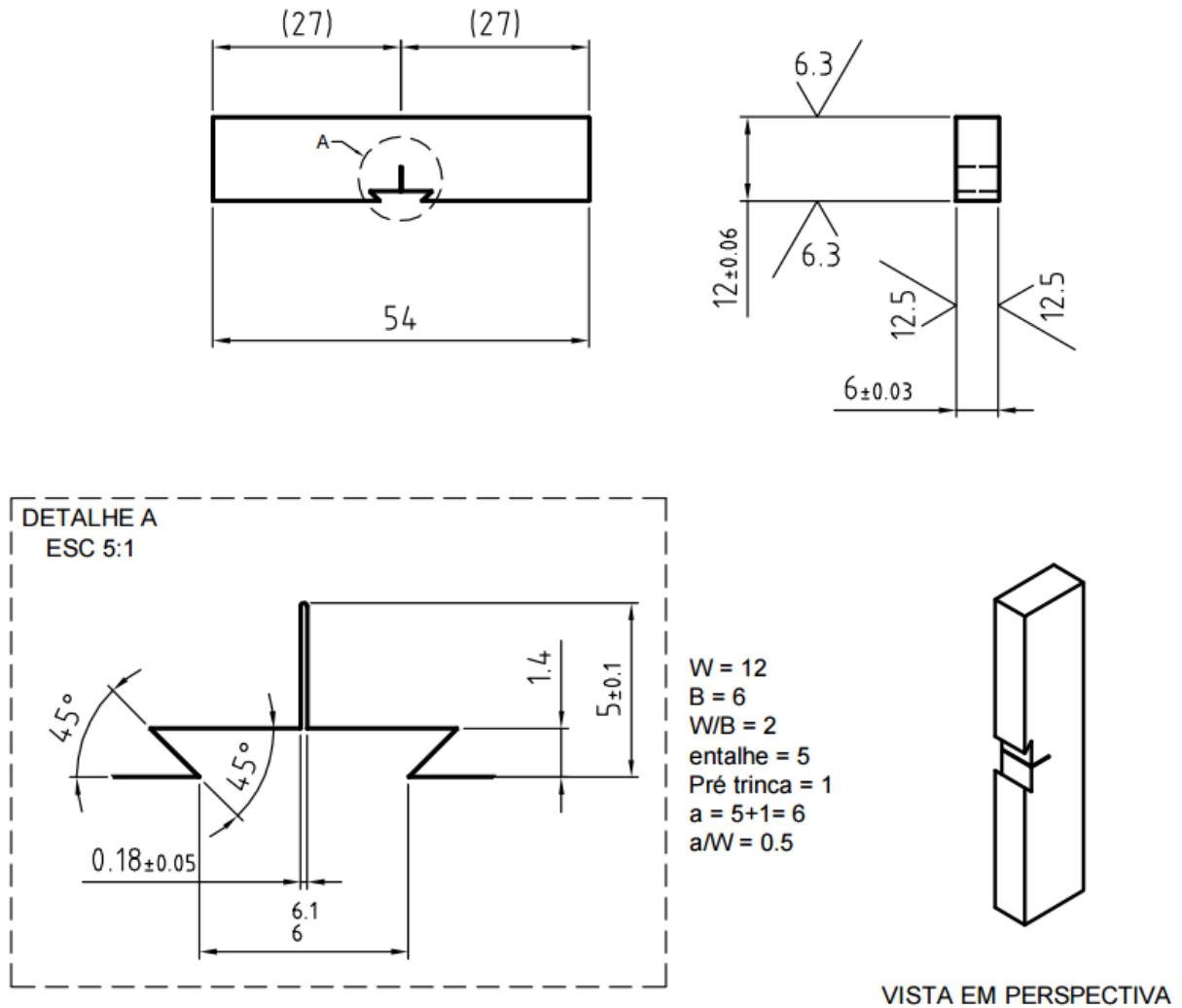


Figura 20 – Dimensões dos corpos de prova.

Então os CPs foram lixados e polidos conforme a análise metalográfica, para melhor visualização do crescimento da trinca. Logo foi identificado com o número do CP e marcado com um risco para identificar o tamanho final para o crescimento da trinca.

### 3.3.2. Equipamentos de ensaio

O equipamento de ensaio utilizado foi um sistema universal de ensaios mecânicos marca MTS® servohidráulica, modelo 810 (Figura 22), que possui um controlador MTS® Flex Test GT, com 100 kN de capacidade máxima de carga para

operação no intervalo de temperaturas de -196 °C a 1300 °C. Foram utilizados 2 extensômetros: o primeiro extensômetro foi utilizado para a execução da pré-trinca com variação de abertura de 5 e 10 mm (Figura 23 a), enquanto o segundo com variação de 6 e 18 mm foi utilizado no ensaio de tenacidade à fratura (Figura 23 b). Para realizar o ensaio de tenacidade a baixa temperatura foi utilizado uma MTS® 651 Environmental Chamber (Figura 24 a) para se homogeneizar a temperatura utilizando nitrogênio líquido para realizar o ensaio e utilizando termopar da marca Fluke® modelo 54 II (Figura 24 b).



Figura 21 – Máquina de ensaio mecânico universal.

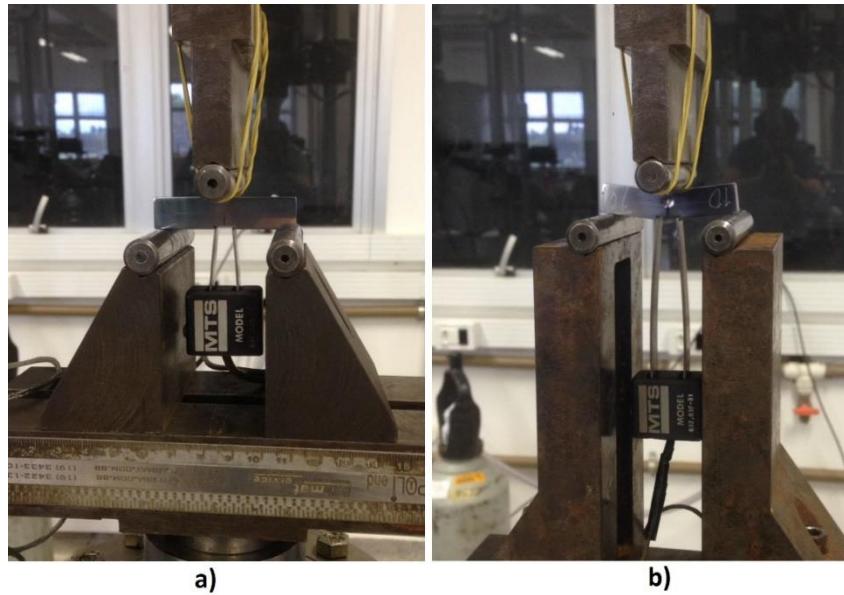


Figura 22 – Posicionamento do CP e o extensometro utilizado a) pré-trinca b) ensaio de tenacidade à fratura

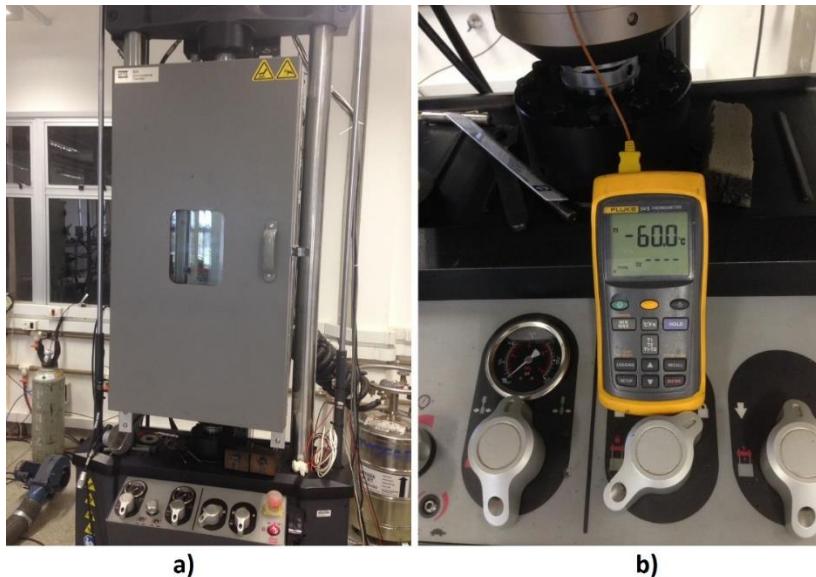


Figura 23 – a) MTS® 651 Environmental Chamber b) Registrador do termopar

Os ensaios foram realizados no Núcleo de Ensaios de Materiais e Análise de Falhas (NEMAF), que se localiza no Departamento de Engenharia de Materiais, da Escola de Engenharia de São Carlos, na Universidade de São Paulo.

### 3.3.3. Pré-Trinca

Com o controlador MTS Flex Test GT se executa o módulo de programação *Fracture Toughness*, onde se realiza a pré-trinca por fadiga com facilidade. Este módulo segue métodos da norma ASTM E1820 para se calcular a carga cíclica no CP, e com a utilização do extensômetro se mede o tamanho do entalhe, e ao inserir os dados desejados do tamanho da trinca inicial ( $a_0$ ) a própria máquina finaliza a programação ao chegar no tamanho desejado da trinca. Os dados inseridos estão descritos na Tabela 4.

*Tabela 4 – Dados inseridos no programa*

Geometria do CP	SE(B)	
Largura (W)	12	mm
Pré-trinca ( $a_0$ )	6	mm
Espessura (B)	6	mm
Espessura líquida (Bn)	6	mm
Distância entre apoios (S)	48	mm
Módulo elástico (E)	203000	MPa
Tensão de escoamento	510.6	MPa
Resistência a tração	612.9	MPa
Coeficiente de Poisson	0.3	unitless
Plano de orientação da trinca	----	
Temperatura de teste	23	°C

Durante a realização do ensaio, com o auxílio de um estereoscópio (Figura 25

a) observou-se o crescimento da trinca dos dois lados do CP para assegurar o crescimento o mais igualitário possível.

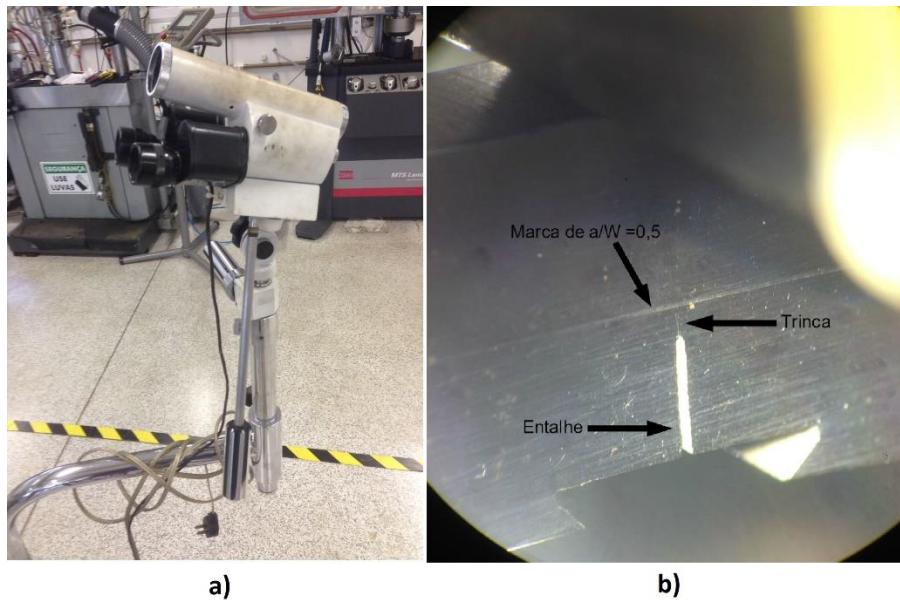


Figura 24 - a) estereoscópio utilizado b) imagem através do estereoscópio mostrando o entalhe, a trinca e a marca identificador de  $a/W = 0,5$ .

### 3.3.4. Ensaio de tenacidade a fratura

Conforme a norma ASTM E1820 o procedimento básico envolve carregar o espécime com um deslocamento e determinar o tamanho da trinca que ocorrer durante o carregamento. É necessário carregar o CP com uma taxa constante para atingir a força  $P_m$  (Equação 16) entre 0,3 a 3 minutos.

$$P_m = \frac{0,5Bb_0^2\sigma_Y}{S} \quad (16)$$

Ao realizar o cálculo da equação (16) encontrou-se o valor de  $P_m$  de 1200 N,

sendo selecionada uma taxa de 1000 N/mim, validando esse item da norma.

Em ensaios realizados a baixa temperatura (-60 °C) tomou-se o cuidado de homogeneizar a temperatura do CP. A norma indica que o espécime necessita permanecer na temperatura de teste, com variações menores de  $\pm 3$  °C, por 30 minutos por cada 25 mm da espessura do mesmo.

Com o ensaio, obteve-se um gráfico de força *versus* deslocamento, conforme a Figura 11, e com os dados obtidos da máquina realizou-se os cálculos da seção 2.8 em uma planilha de Excel obtendo-se os resultados de CTOD. A relação CP e a temperatura do ensaio se encontra na Tabela 5, onde TA significa Temperatura ambiente e TB temperatura baixa.

*Tabela 5 – Relação CP e temperatura do ensaio*

<b>Normal nióbio orientação T-L</b>	CP01	TA
	CP02	TA
	CP03	TB
	CP04	TB
<b>Normal nióbio orientação L-T</b>	CP05	TA
	CP06	TA
	CP07	TB
	CP08	TB
<b>Alto nióbio orientação L-T</b>	CP09	TA
	CP10	TA
	CP11	TB
	CP12	TB
<b>Alto nióbio orientação T-L</b>	CP13	TA
	CP14	TA
	CP15	TB
	CP16	TB

No ensaio mediu-se a temperatura do corpo de prova com o termopar, conforme a Figura 26 onde se pode identificar o CP, o extensômetro e o termopar dentro da câmara para manter a temperatura.

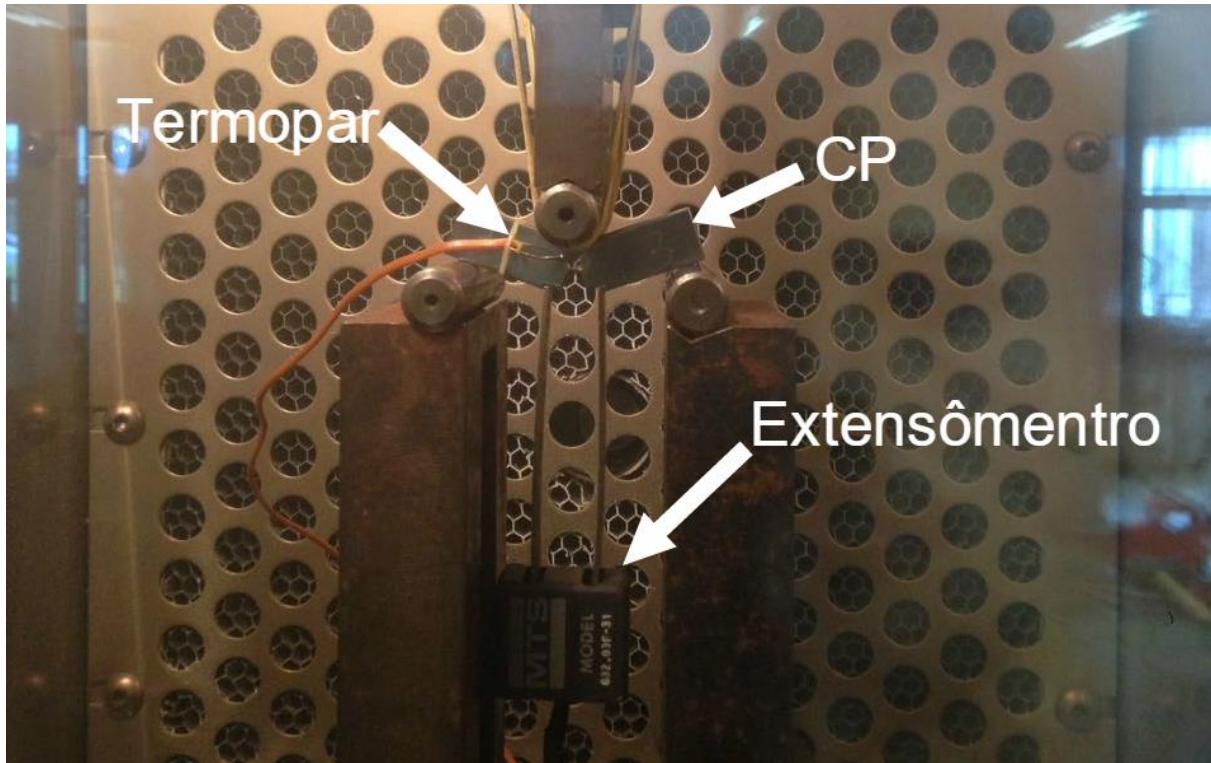


Figura 25 – Ensaio tenacidade a baixa temperatura, onde se identifica o termômetro, CP e extensômetro.

### 3.3.5. Medição do tamanho da trinca

Após os ensaios, os corpos de provas foram submetidos a um procedimento para terminar a fratura do mesmo, onde se submergiu os CPs em nitrogênio líquido, com intuito de fragiliza-los e rompe-los com maior facilidade.

Com os dois pedaços foram tiradas fotos com uma câmara digital, e utilizou-se um programa adequado para medir o tamanho da trinca inicial, conforme a norma indica, foram realizadas nove medidas igualmente espaçadas entre si que estão ilustradas na Figura 27, então utilizou-se a Equação 17, para achar o comprimento médio da trinca.

$$a_0 = \frac{1}{8} \left[ \frac{(a_{01} + a_{09})}{2} + \sum_{i=2}^8 a_{0i} \right] \quad (17)$$

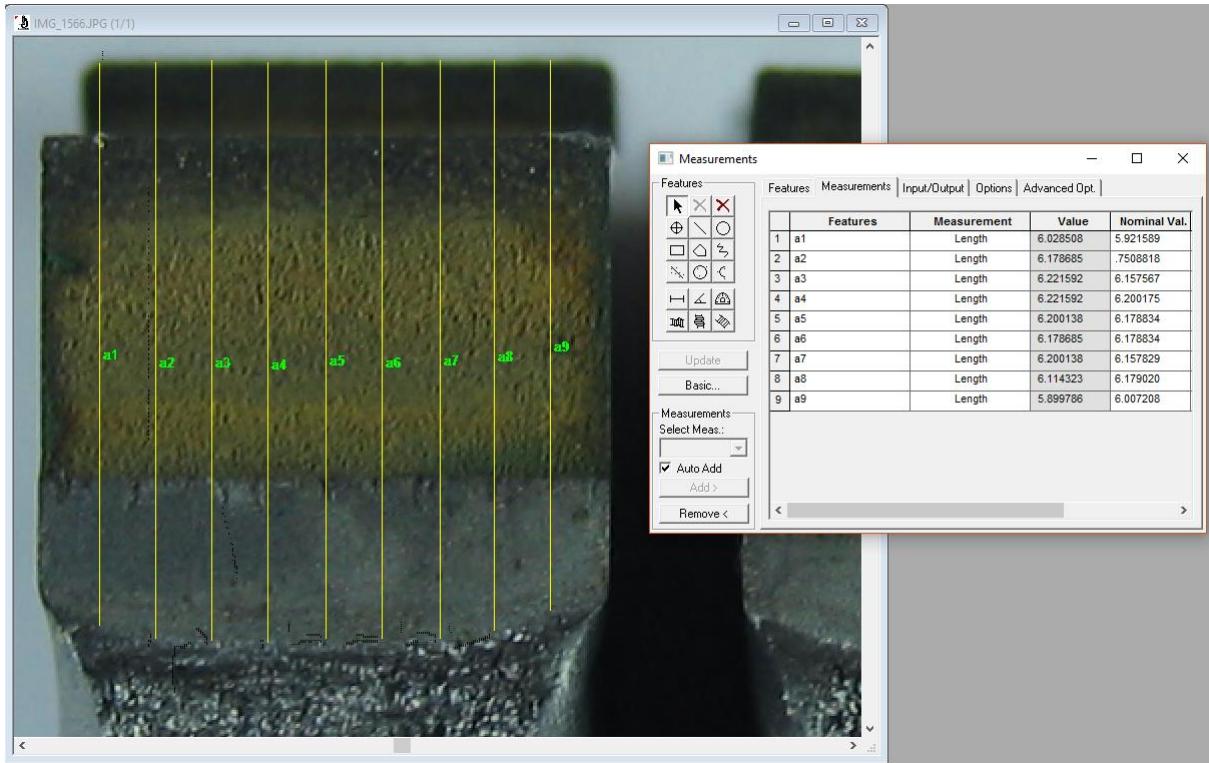


Figura 26 – Medição do tamanho da trinca inicial.

### 3.4. Análise EBSD

As amostras foram preparadas, primeiro embutidas em baquelite, então foram lixadas nas lixas #80, #120, #360, #400, #600, #800, #1200 e #2000, sendo posteriormente submetidos ao polimento em solução de alumina de 1  $\mu\text{m}$  e em pasta de diamante de até 0,25  $\mu\text{m}$ . Para a análise EBSD é importante uma superfície isenta de deformação, por isso poliu-se sem aplicação de carga por um período de 30 minutos e atacada com Nital 2%.

As medidas do tamanho de grão foram realizadas utilizando três procedimentos. O primeiro consistiu da análise da microestrutura diretamente das imagens obtidas no microscópio óptico acoplado ao sistema de análise computadorizada de imagem. A segunda a partir das imagens obtidas no microscópio eletrônico de varredura e importadas para o analisador de imagens, acoplados no microscópio óptico. Em ambos os casos cerca e 50 imagens foram obtidas de cada

região a ser analisada. No terceiro caso foi aplicada a técnica de EBSD e considerando orientações de contornos de grãos com diferenças de ângulo acima de 2° e acima de 15°.

## 4. Resultado e Discussão

Neste capítulo se apresenta os resultados das análises metalográficas, da análise EBSD e do Ensaio de Tenacidade a fratura.

### 4.1. Análise metalográfica

As análises metalográficas foram feitas com o microscópio ótico e obteve-se as Figuras 28, 29 e 30. Onde cada figura representou um plano diferente e perpendicular entre si.

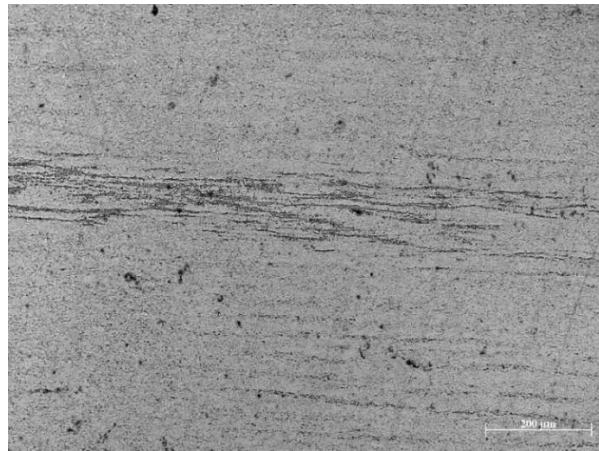


Figura 27 – Microestrutura do aço normal nióbio, obtido paralelamente à solda.

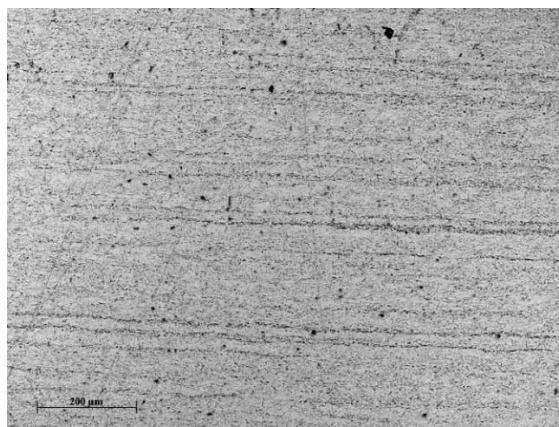


Figura 28 - Microestrutura do aço normal nióbio, obtido perpendicular à solda.

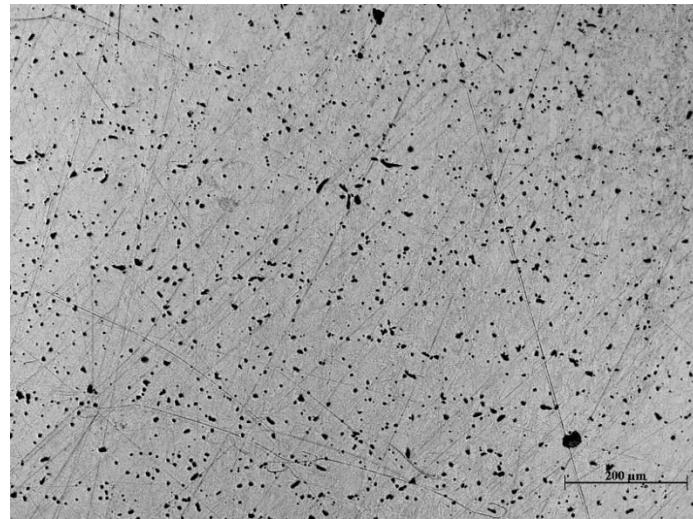


Figura 29 - Microestrutura do aço normal nióbio, obtido no topo da chapa.

Com essas metalografias identificou-se a direção de laminação da chapa conforme está representado na Figura 31.

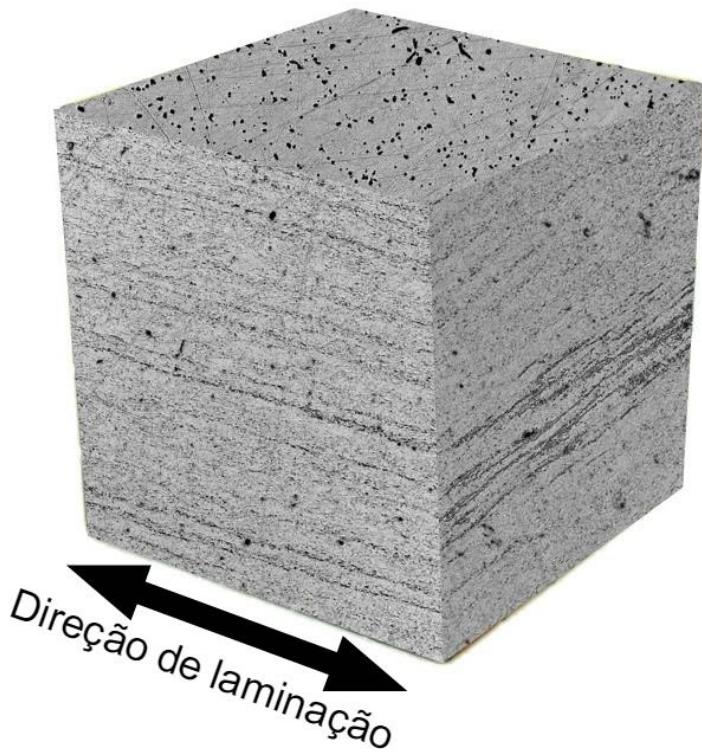


Figura 30 – Representação dos planos cortados em um cubo e o seu sentido de laminação.

A imagem indica que os microconstituintes das microestruturas são constituídos de ferrita, com regiões bandeadas de perlita esboroadas.

#### 4.2. Análise EBSD

Primeiramente foram obtidas as imagens do MEV e então se tratou as imagens para limitar os contornos de grão, pois o programa automático não foi suficiente para limitar todos os contornos de grão, As Figuras 32 e 33, ilustram as imagens do MEV. O desempenho desta técnica depende muito do operador, por isso se utilizou a análise EBSD.

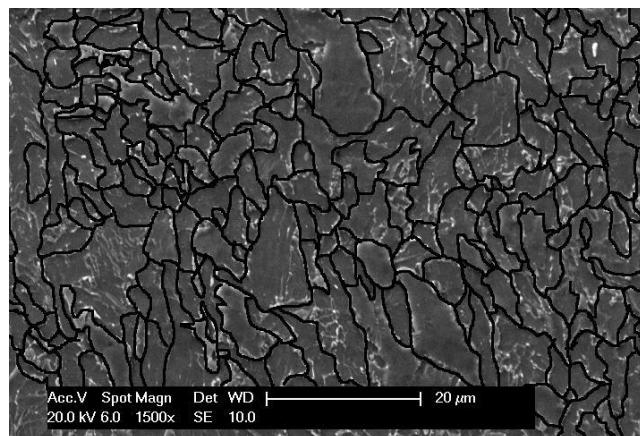


Figura 31 – MEV mostrando a microestrutura do aço API X70 do normal Nb.

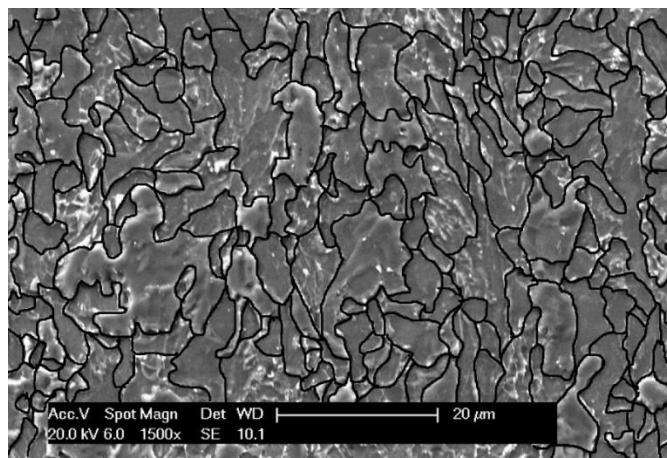


Figura 32 – MEV mostrando a microestrutura do aço API X70 do alto Nb.

Com a utilização do EBSD, foram obtidos os grãos com relações aos contornos de grãos e contornos de grãos e subgrãos, ou seja, considerou-se os grãos com diferença de orientação cristalográfica  $\geq 2^\circ$  e  $\geq 15^\circ$ . Considerou-se esses valores, por ser a menor diferença possível de ser detectada, com segurança, entre os contornos de subgrãos ( $\geq 2^\circ$ ) e os contornos de grão ( $\geq 15^\circ$ ) que efetivamente atuam como fortes barreiras para o movimento de discordâncias. Na Figura 34 tem-se o diagrama de cores relativo aos planos cristalográficos observados na ferrita (CCC), onde cada cor representa uma orientação cristalográfica diferente. Nas Figura 35 e 36 encontram-se as análises EBSD do material normal Nb e alto Nb, respectivamente.

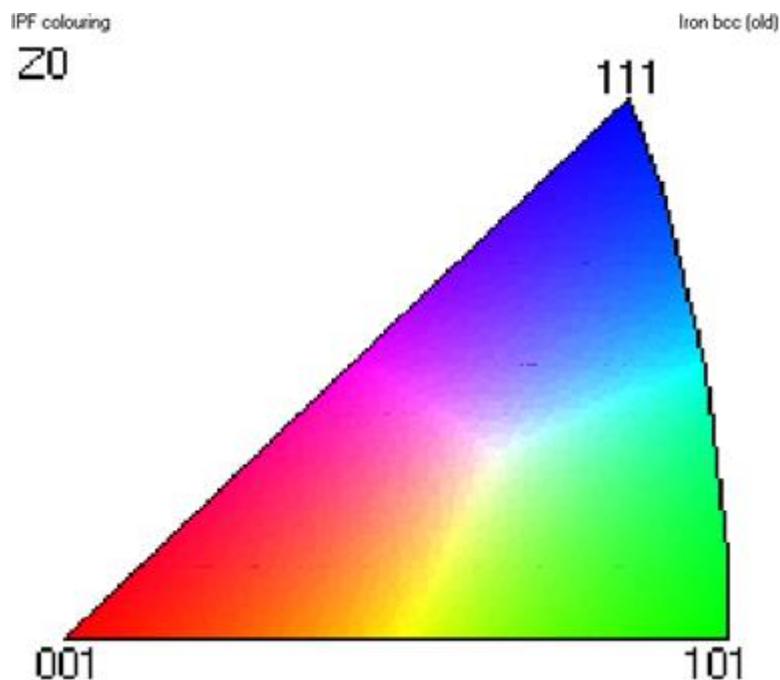


Figura 33 – Diagrama de cores para o sistema CCC da ferrita

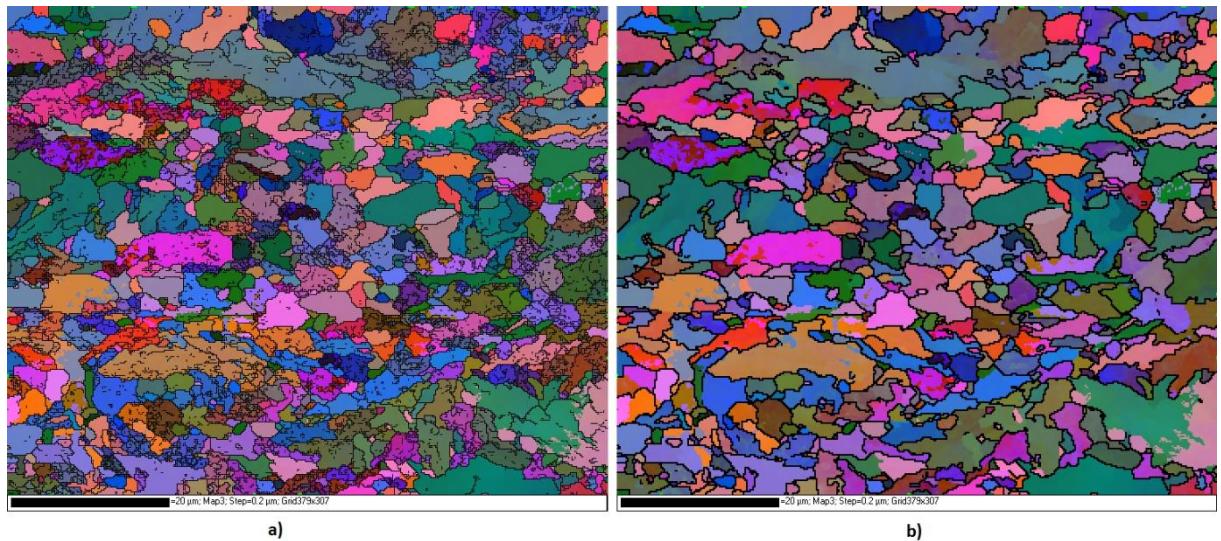


Figura 34 – Análise EBSD do material normal Nb. a)  $\geq 2^\circ$  e b)  $\geq 15^\circ$ .

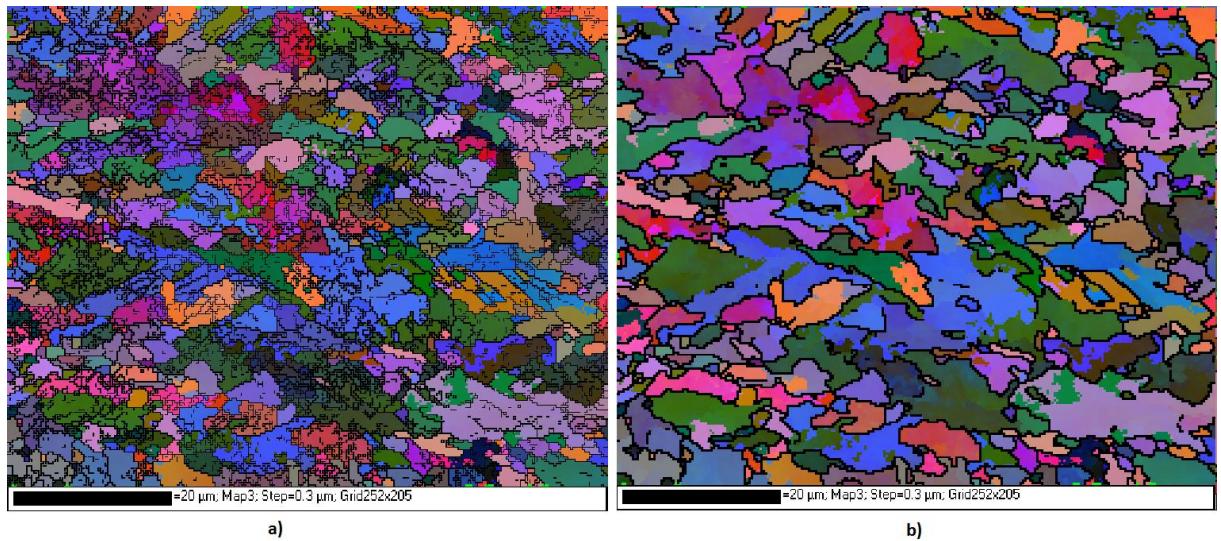


Figura 35 – Análise EBSD do material alto Nb a)  $\geq 2^\circ$  e b)  $\geq 15^\circ$ .

Com essas figuras se fez a medidas dos tamanhos de grãos e obteve-se os gráficos que se encontram na Figura 37 e 38. Onde RNb, ENb, PP, representam respeitavelmente regular Nb, elevado Nb e material base. Fez-se análise da distribuição de grão da micrografia obtida do MEV (*optical*) e da técnica EBSD (Mism  $\Rightarrow 2$  e Mism  $\Rightarrow 15$ , das orientações cristalográficas de  $\geq 2^\circ$  e  $\geq 15^\circ$ , respectivamente).

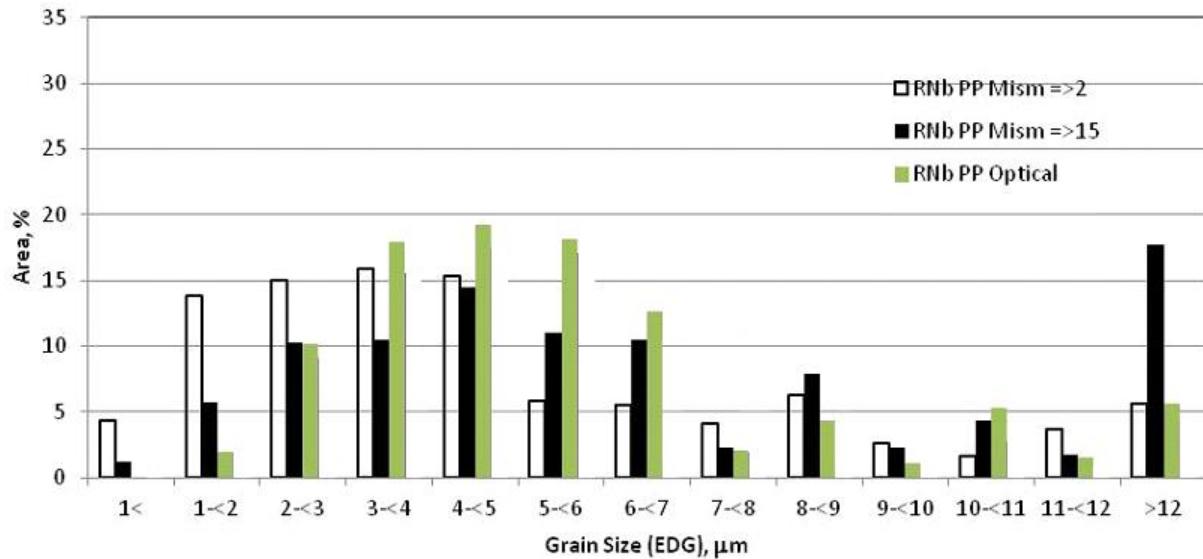


Figura 36 – Distribuição do tamanho do grão da análise de MEV (optical) e EBSD ((Mism =>2 e Mism =>15) do aço normal Nb.

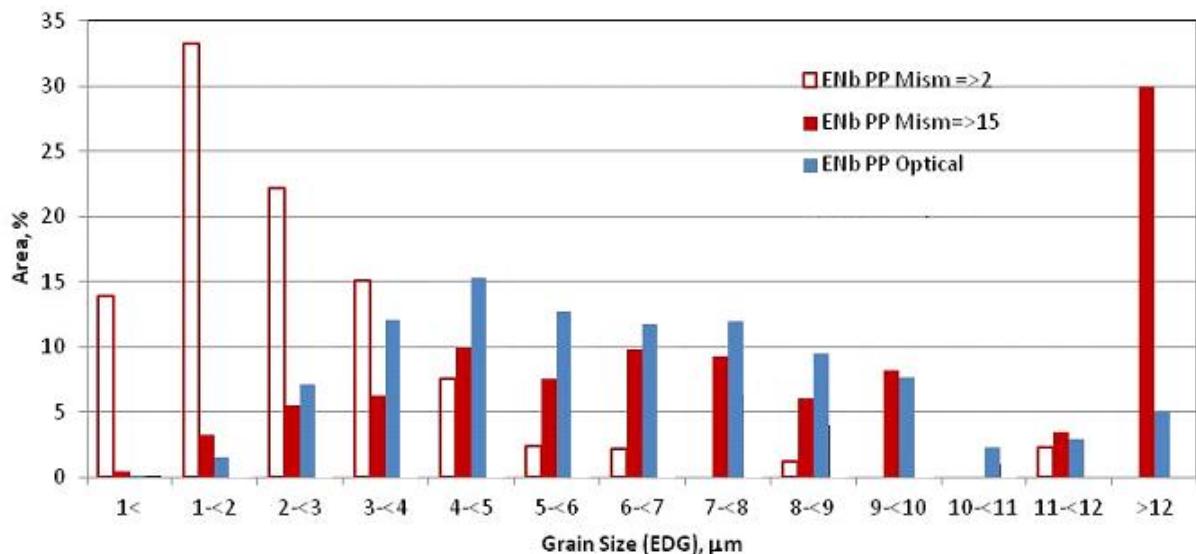


Figura 37 – Distribuição do tamanho do grão da análise de MEV (optical) e EBSD ((Mism =>2 e Mism =>15) do aço alto Nb

O aço normal Nb apresenta uma boa relação entre a análise MEV com o EBSD  $\geq 15^\circ$ , exceto nos grãos maiores, a maioria dos maiores grãos são divididos em sub-grãos. Enquanto no alto Nb também apresentou uma boa relação da análise MEV com o EBSD  $\geq 15^\circ$ , exceto nos grãos maiores, e todos os grãos maiores são divididos em sub-grãos.

A grande maioria dos grãos no normal Nb estão entre 3 – 7  $\mu\text{m}$ , enquanto no alto Nb esta foi entre 3 e 10  $\mu\text{m}$ . No uso da técnica de EBSD foi possível observar a existência de uma microestrutura de caráter bimodal com 18% e 30% de grão maiores que 12  $\mu\text{m}$ , respectivamente para o normal e alto Nb.

#### 4.3. Ensaio de Tenacidade à Fratura

Os gráficos das curvas força *versus* deslocamento, dos corpos de provas, obtidos da máquina seguem a seguir. Como se pode observar, ocorreram falhas no CP1 (Figura 39), onde a máquina parou de funcionar após o carregando plástico, e a pré-trinca não esteve homogênea.

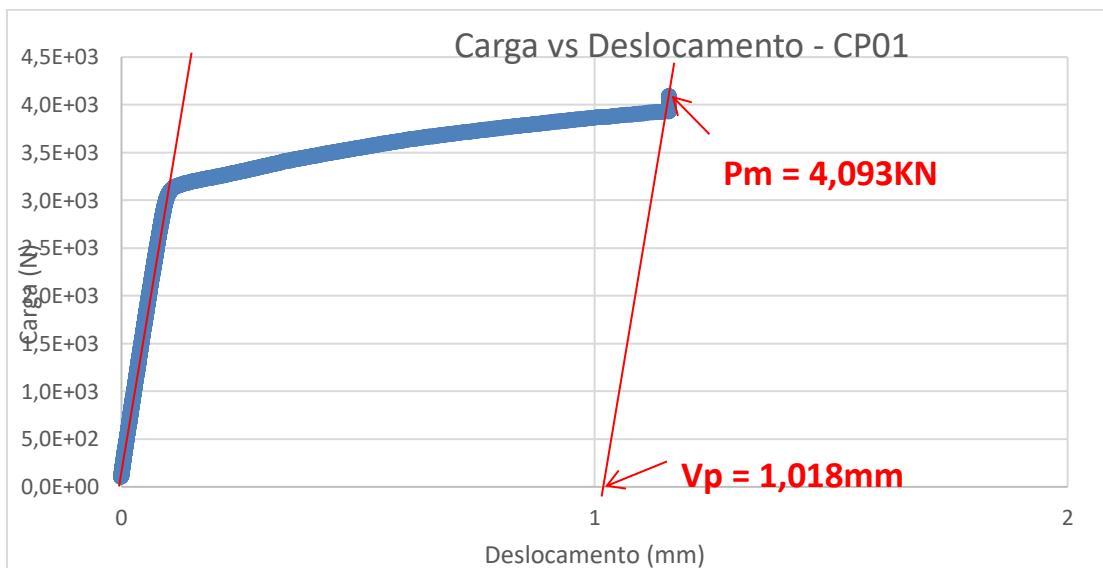


Figura 38 – Carga versus deslocamento do CP1, normal nióbio orientação T-L, temperatura ambiente.

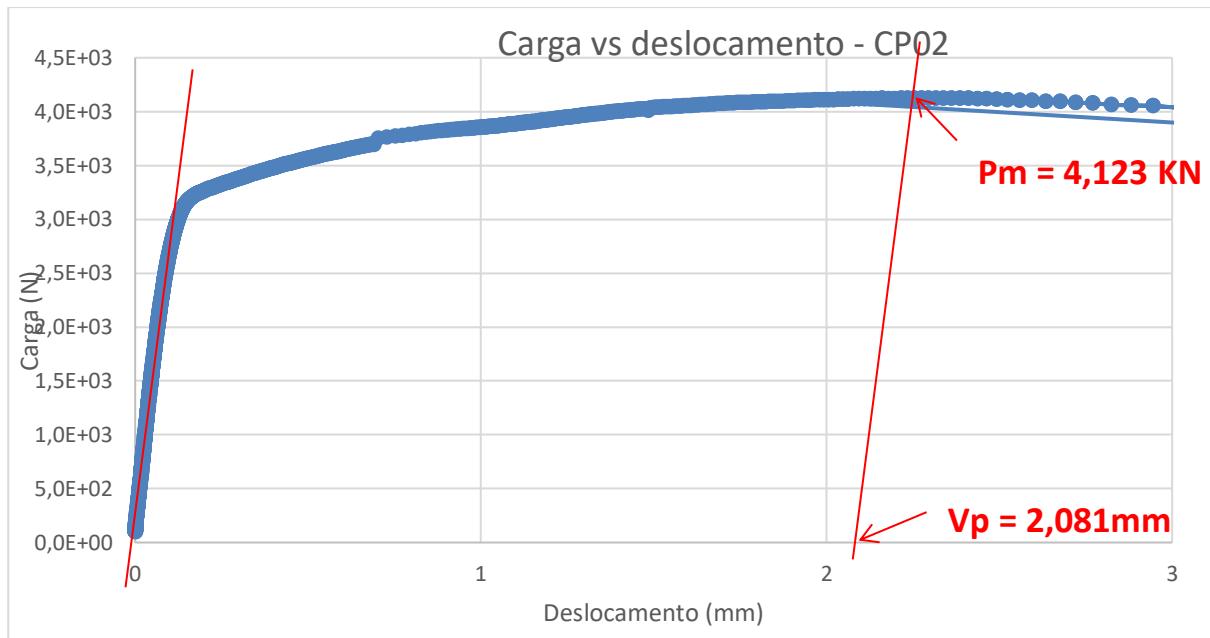


Figura 39 – Carga versus deslocamento do CP2, normal nióbio orientação T-L, temperatura ambiente.

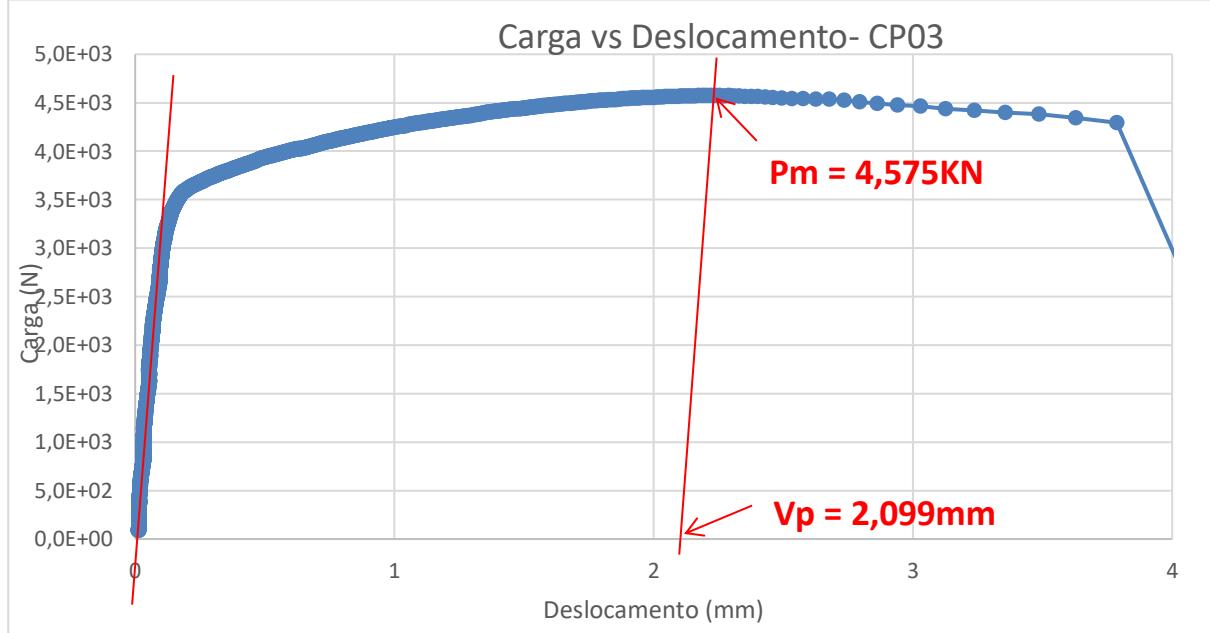


Figura 40 – Carga versus deslocamento do CP3, normal nióbio orientação T-L, temperatura baixa.

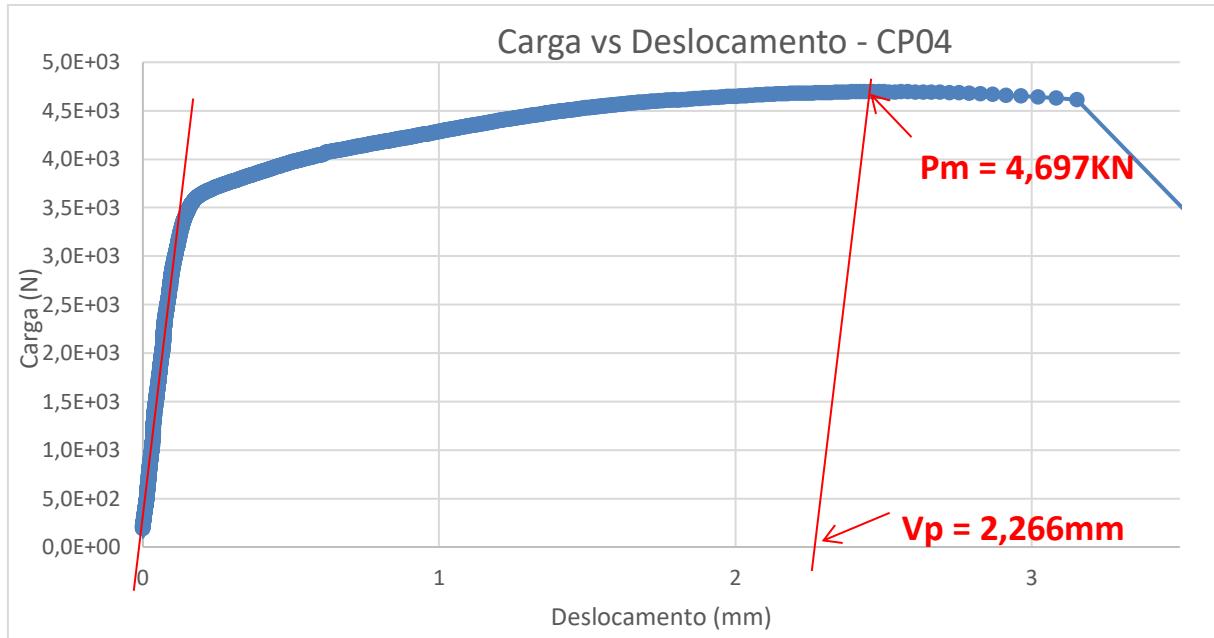


Figura 41 – Carga versus deslocamento do CP4, normal nióbio orientação T-L, temperatura baixa.

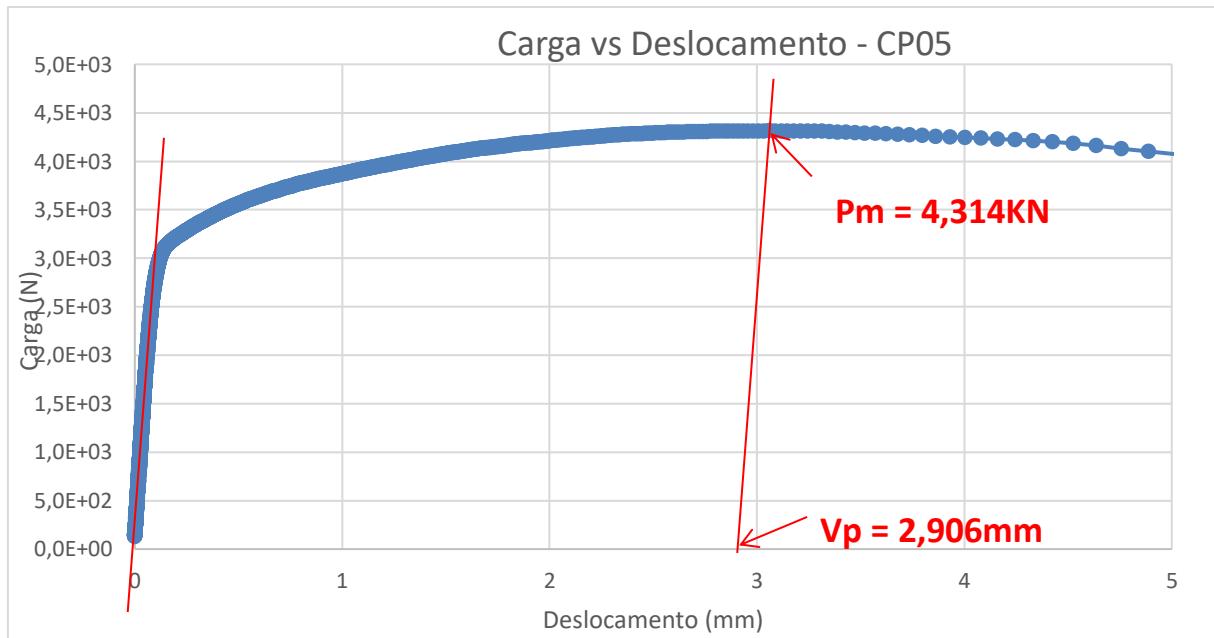


Figura 42 – Carga versus deslocamento do CP5, normal nióbio orientação L-T, temperatura ambiente.

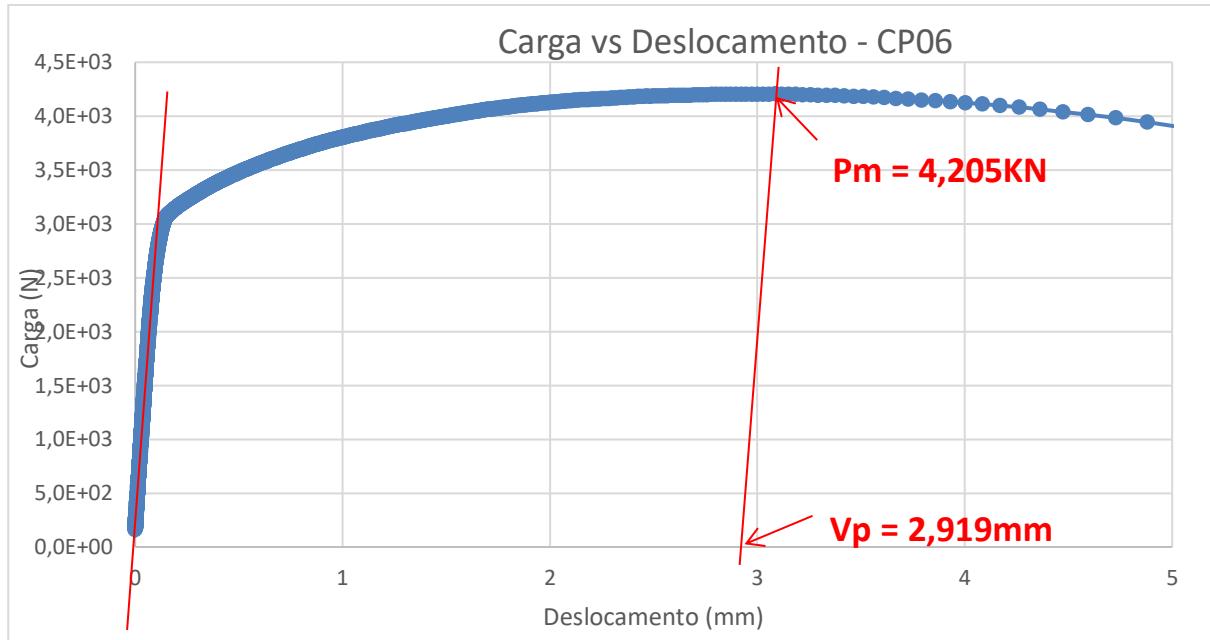


Figura 43 – Carga versus deslocamento do CP6, normal nióbio orientação L-T, temperatura ambiente.

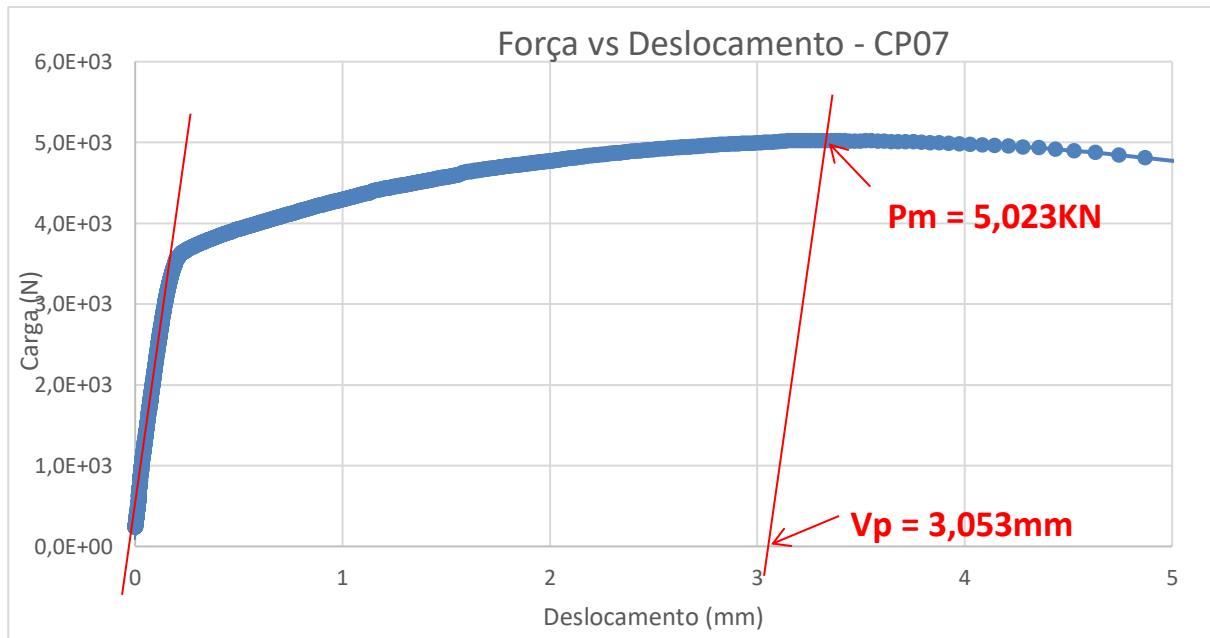


Figura 44 – Carga versus deslocamento do CP7, normal nióbio orientação L-T, temperatura baixa.

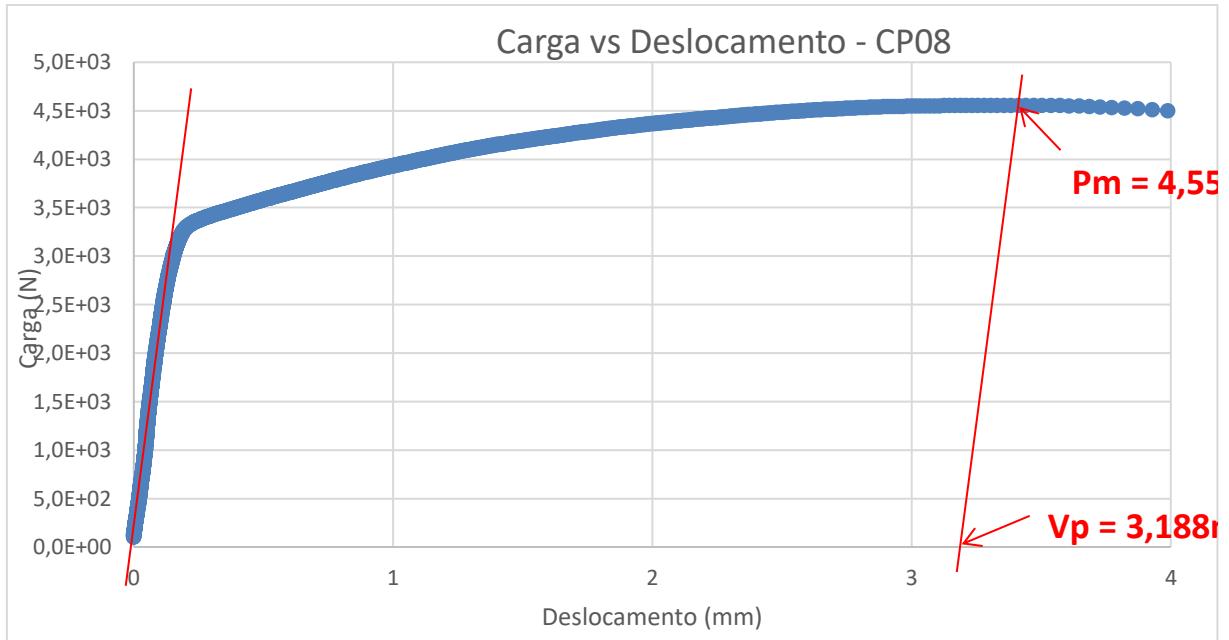


Figura 45 – Carga versus deslocamento do CP8, normal nióbio orientação L-T, temperatura baixa.

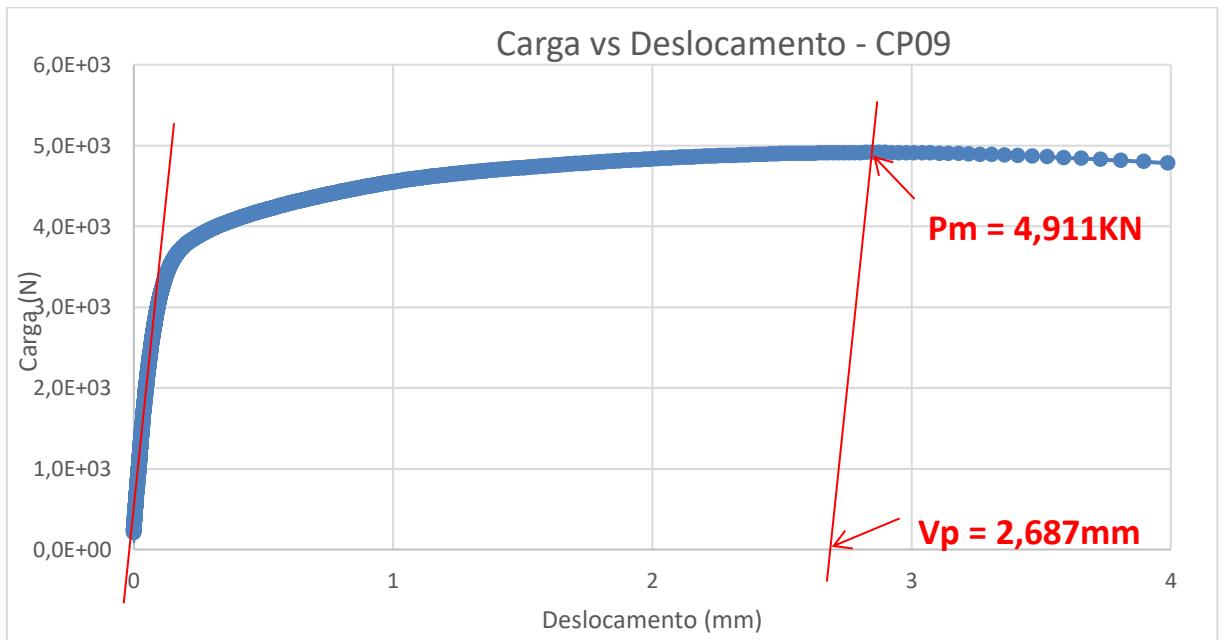


Figura 46 – Carga versus deslocamento do CP9, alto nióbio orientação L-T, temperatura ambiente.

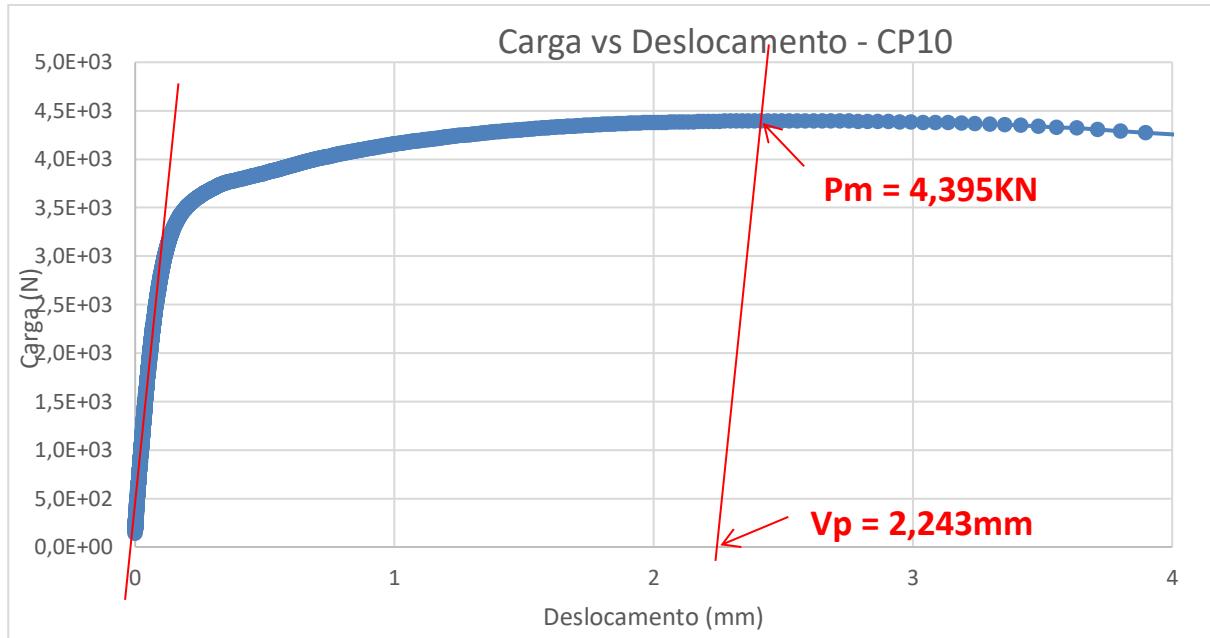


Figura 47 – Carga versus deslocamento do CP10, alto nióbio orientação L-T, temperatura ambiente.

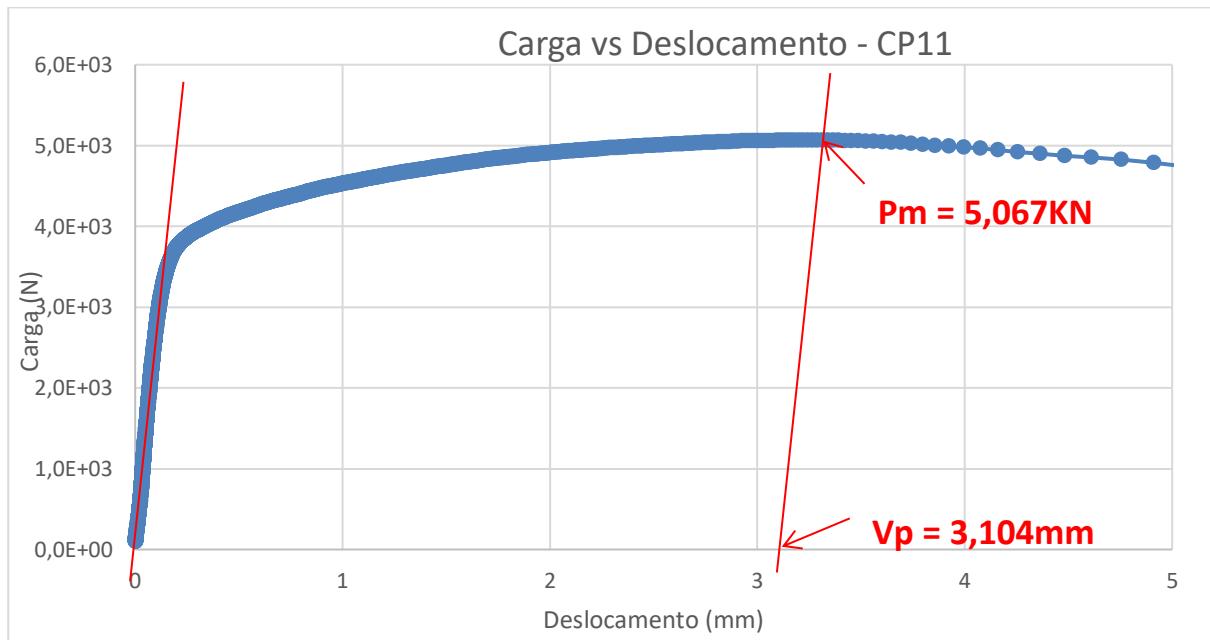


Figura 48 – Carga versus deslocamento do CP11, alto nióbio orientação L-T, temperatura baixa.

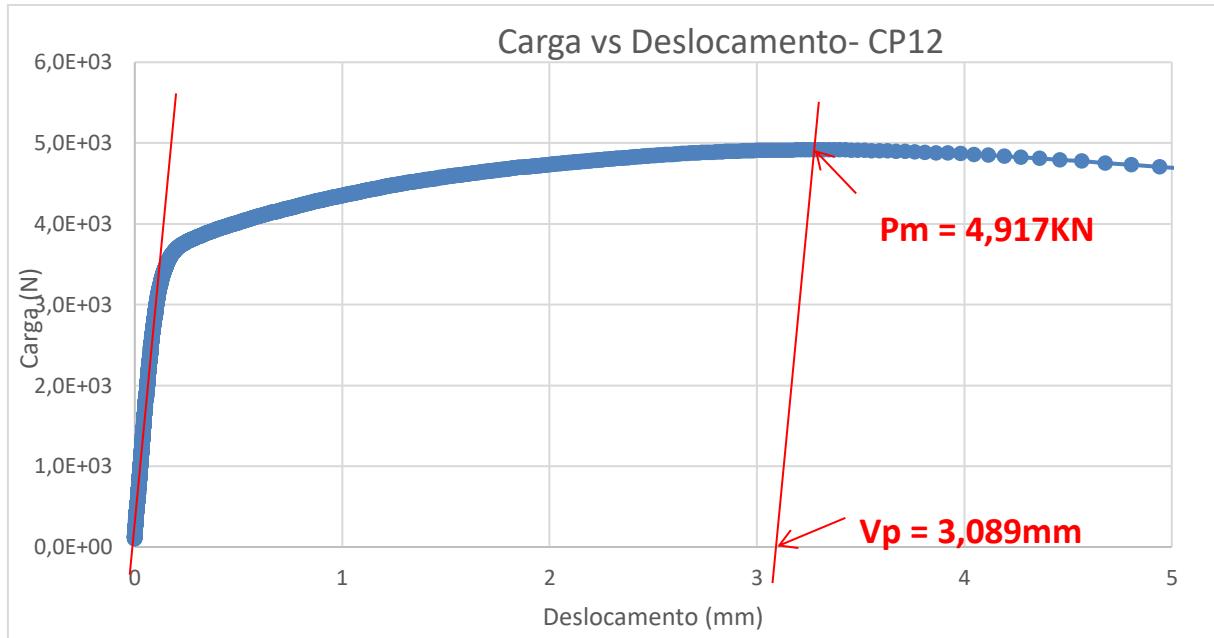


Figura 49 – Carga versus deslocamento do CP12, alto nióbio orientação L-T, temperatura baixa.

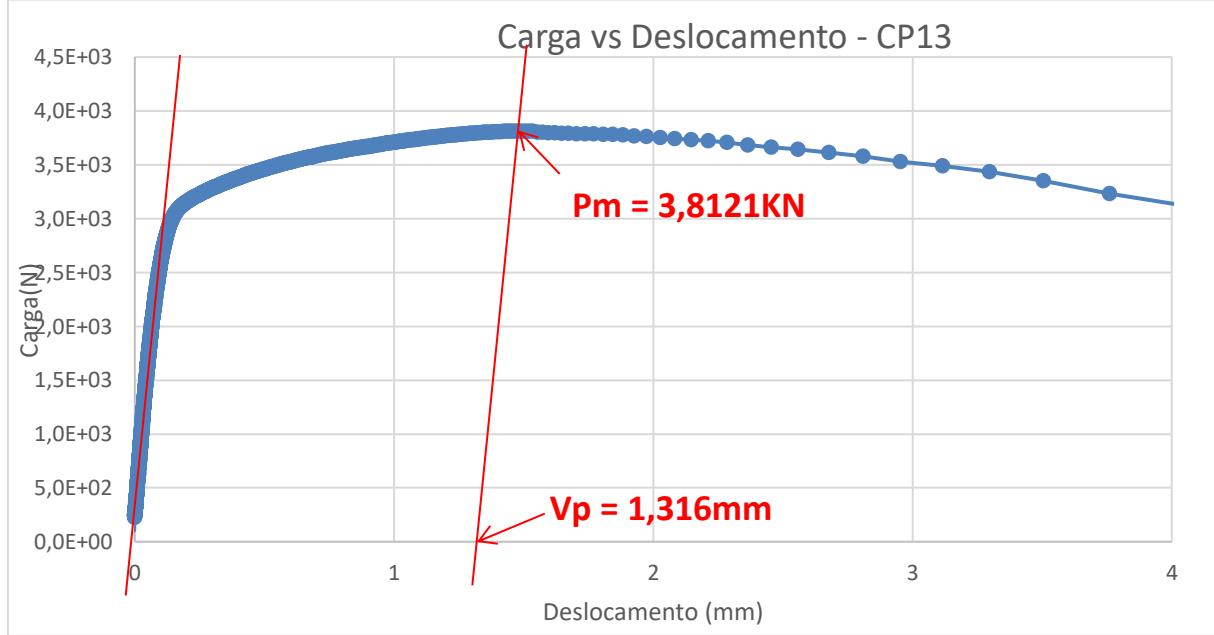


Figura 50 – Carga versus deslocamento do CP13, alto nióbio orientação T-L, temperatura ambiente.

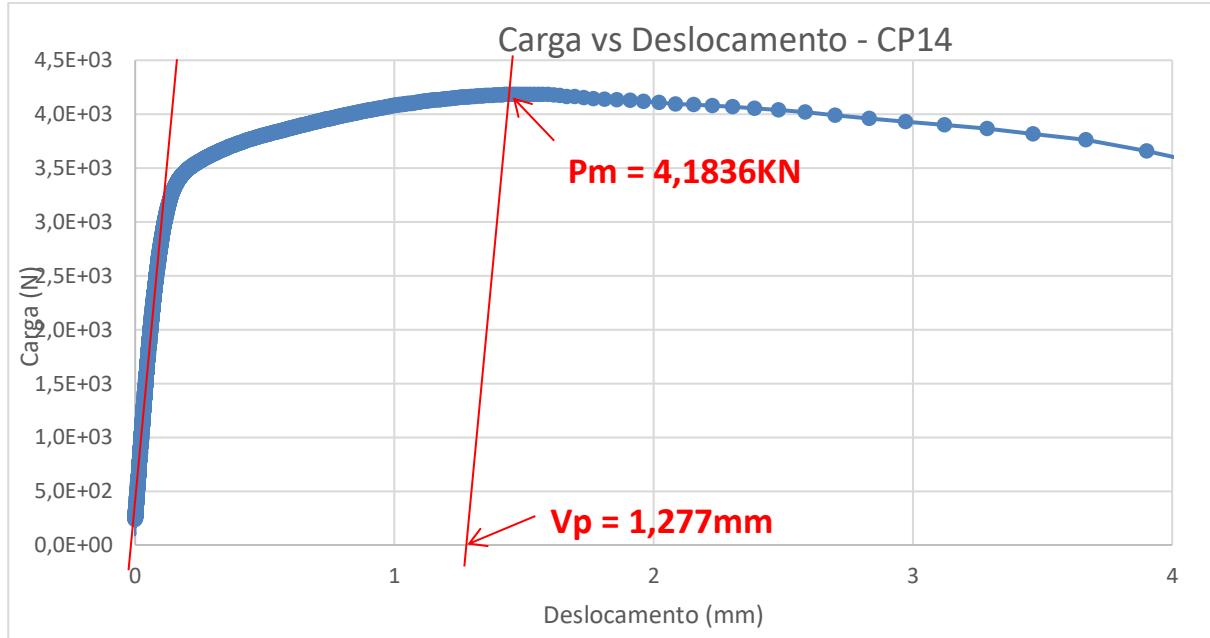


Figura 51 – Carga versus deslocamento do CP14, alto nióbio orientação T-L, temperatura ambiente.

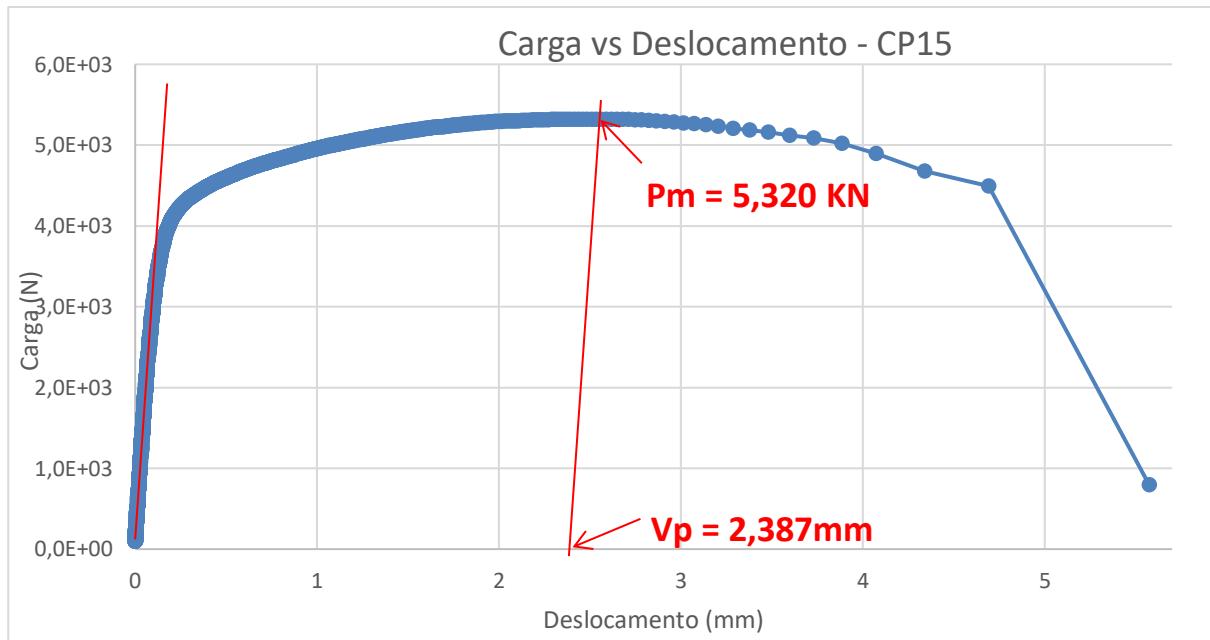


Figura 52 – Carga versus deslocamento do CP15, alto nióbio orientação T-L, temperatura baixa.

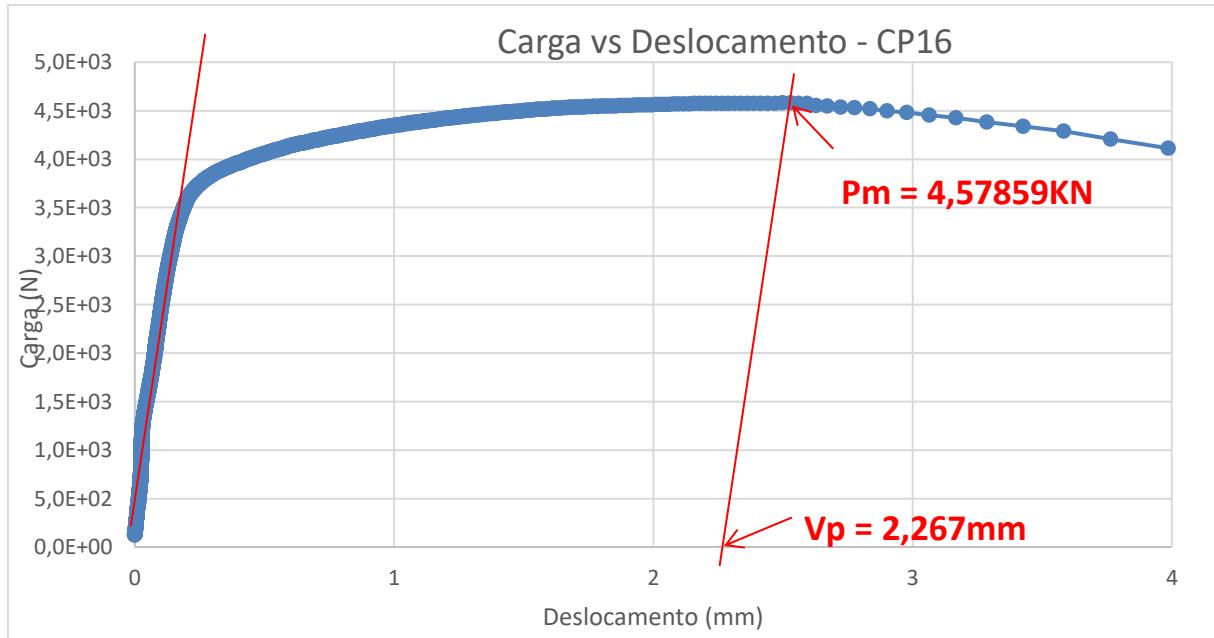


Figura 53 – Carga versus deslocamento do CP16, alto nióbio orientação T-L, temperatura baixa.

Com os gráficos e as superfícies de fratura foram realizados os cálculos da seção 2.8 em uma planilha Excel e retirou-se os valores de CTOD que se encontram na Tabela 6.

Tabela 6 – Resultados de CTOD para os CP e as temperaturas dos ensaios.

Material	CP	Temperatura	$\delta_m$ (mm)
<b>Normal nióbio orientação T-L</b>	CP01	TA	Erro
	CP02	TA	0,77
	CP03	TB	0,80
	CP04	TB	0,87
<b>Normal nióbio orientação L-T</b>	CP05	TA	0,96
	CP06	TA	0,97
	CP07	TB	1,16
	CP08	TB	1,09
<b>Alto nióbio orientação L-T</b>	CP09	TA	1,08
	CP10	TA	0,92
	CP11	TB	1,24
	CP12	TB	1,20
<b>Alto nióbio orientação T-L</b>	CP13	TA	0,55
	CP14	TA	0,58
	CP15	TB	1,07
	CP16	TB	0,97

Ao observar os resultados percebe-se que, nas mesmas condições, a orientação L-T é mais tenaz que a orientação T-L. Esse fato se deve à trinca que se propaga no sentido de laminação apresentar menor tenacidade comparada a trinca se propaga no sentido perpendicular, ou seja, a trinca que se propaga paralelo aos grãos encruados precisa de mais energia para se propagar.

Com relação à temperatura, a -60 °C os aços apresentaram tenacidade mais baixa que o seu correspondente a temperatura ambiente. Em ensaios de impacto estes aços absorvem menos energia em baixas temperaturas, comparados aos de temperaturas mais elevadas (onde -60º C é a temperatura de transição dúctil-frágil) (SHIN, S. Y.; HWANG, B.; KIM, S.; LEE. S.). No ensaio de CTOD não apresentou essa relação devido a velocidade de aplicação da carga, onde o ensaio de CTOD emprega uma velocidade da aplicação da carga muito menor e favoreceu a falha por modo dúctil indicando que a temperatura de transição dúctil-frágil em tenacidade à fratura ocorre em temperatura mais baixa.

O aço alto Nb apresentou melhor tenacidade à fratura a -60 °C com relação ao aço normal Nb. A literatura indica que os aços API que apresentam grande quantidade de ferritas aciculares, apresentam alta tenacidade à fratura a baixas temperaturas devido ao seu grão ser irregular e seus contornos de grão apresentarem altos ângulos (KANG, M.; KIM, H.; LEE, S.; SHIN, S. Y.), enquanto ferrita poligonal ou bainita apresenta menores valores de tenacidade a -60 °C. Este fato juntamente com o efetivo do tamanho de grão médio ser baixo esses aços apresentaram boa tenacidade à fratura em baixa temperatura.

Na temperatura ambiente a orientação L-T de ambos os aços apresentou tenacidade bem próxima, mas na orientação T-L o aço alto Nb apresentou tenacidade mais baixo comparado com o normal Nb. Este fato pode ser explicado pela bimodalidade, onde o aço alto Nb apresentou grãos maiores em matriz de grãos finos, favorecendo assim fratura por clivagem nestas regiões, diminuindo a tenacidade do material, o que pode ser explicado também pela equação de Hall-Petch, onde um material com grão mais fino apresenta melhores propriedades mecânicas comparado um com grão mais grosseiro.

## 5. Conclusão

Este trabalho avaliou a influência do aumento de teor de Nb em aços da classe API X70, possibilitando assim a retirada de outros elementos de liga tais como Ti e V. As seguintes conclusões foram obtidas:

- 1) Os microconstituintes das microestruturas dos dois aços estudados, isto é, normal (0,06 %peso) e alto Nb (0,09%), não foram diferentes, sendo constituídas de ferrita, com regiões bandeadas de perlita esboroadada.
- 2) A análise do tamanho de grãos mostrou-se bastante difícil de ser avaliada por microscopia ótica. Neste caso, a distribuição do tamanho dos grãos mostrou-se bastante similar, sendo a grande maioria dos grãos no normal Nb entre 3 – 7  $\mu\text{m}$ , enquanto no alto Nb esta foi entre 3 e 10  $\mu\text{m}$ . No uso da técnica de EBSD, considerando contornos com diferenças de orientação igual ou superior a 15°, foi possível observar a existência de uma microestrutura de caráter bimodal com 18% e 30% de grão maiores que 12  $\mu\text{m}$ , respectivamente para o normal e alto Nb.
- 3) Os resultados de tenacidade à fratura mostraram que tanto na temperatura ambiente como baixa temperatura, ambos os aços apresentaram CTOD de carga máxima, evidenciando a grande tenacidade destes aços. Independentemente da temperatura ambos os aços apresentaram maior tenacidade na direção L-T. O abaixamento da temperatura para -60 °C não causou diminuição da tenacidade, pelo contrário observa-se uma leve tendência de aumento.

## Referências

- ACERLORMITTAL. **Acerlormittal S.A.** (2016). Disponível em: <[http://usa.arcelormittal.com/~/media/Files/A/Arcelormittal-USA-V2/our-operations/Fact%20sheets/Calvert\\_capabilities.pdf](http://usa.arcelormittal.com/~/media/Files/A/Arcelormittal-USA-V2/our-operations/Fact%20sheets/Calvert_capabilities.pdf)>. Acesso em 07 de novembro de 2016.
- AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **API Specification 5L: Specification for Line Pipe**, 2000.
- \_\_\_\_\_. (2014). **API 1104 – Welding of pipelines and related facilities**. 21<sup>th</sup>. Ed. Washington.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS. **High-strength structural and high-strength low-alloy steels**. 10.ed. Metals handbook: Properties and selection: Iron, steels and high-performance alloys, 1990. V.1, p.389-423. Estados Unidos.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. (2013). **E1820**: Standart test metod for measurement of fracture toughness. Philadelphia.
- \_\_\_\_\_. (2011). **E3**: Standard guide for preparation of metallographic specimens. Philadelphia.
- ANDERSON, T.L. **Fracture mechanics: Fundamentals and applications**. 2.ed. New York: CRC Press, 1995. p. 122-143, 385-391
- ANTONIONE, C.; DELLA GATTA, G.; RIONTINO, G.; VENTURELLO, G. Grain growth and secondary recrystallization in Iron. **J. of Materials Science**, 8, p. 1-10 1973.
- BRAZ, M. H. P. **Propriedades de fadiga de soldas de alta resistência e baixa liga com diferentes composições microestruturais**. Dissertação de Mestrado – Universidade de São Paulo, 1999.
- CEGLIAS, R. B. **Análise de Tensão Residual em Tubo de Aço API 5L X70**. Dissertação de Mestrado – Instituto Militar de Engenharia, 2012.
- CHEN, J. H.; ZHU, L.; MA, H. On the scattering of the local fracture stress, sf. *Acta Metallurgica et Materialia*, v 38, n 12, 1990, pp 2527-2535.
- DINGLEY, D. J.; BABA-KISHI, K. Z.; RANDLE, V. **Atlas of backscattering Kikuchi diffraction patterns**. Inst. Of Physics Publ. 1995
- DOWLING, N. E. **Mechanical Behavior of Materials: Engineering Methods for Deformation, Fracture, and Fatigue**. 3<sup>a</sup> ed. Pearson Prentice Hall. New Jersey. 2007.
- FRANCISCO, J. C. S. **Avaliação da tenacidade à fratura do aço API 5L X70 utilizado na fabricação de dutos transportadores de gás e petróleo**. Dissertação de Mestrado – Universidade de São Paulo, 2009.
- FRANCISCO, J. C. S. **Resistência à propagação dúctil de trincas em aço API5L**

**X70 com teor de nióbio modificado.** Tese de Doutorado – Universidade de São Paulo, 2015.

GODEFROID, L.B., **Ensaios Mecânicos de Fratura de Materiais**, 1<sup>a</sup> ed. Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, São Paulo, 1995.

GORNI, A. A.; MEI, P. R. Aços alternativos ao HY-80 sem a necessidade de aplicação de têmpera e revenido. **Metalurgia & Materiais**. REM: R. Esc. Minas, Ouro Preto, 56(4): 287-293, out. dez. 2003.

GUIMARÃES, V.A.; HEIN, L. R. O.; FILHO, J. Z. Sistema de Baixo Custo para Nucleação de Pré-Trincas por Fadiga em Corpos de Prova de Tenacidade à Fratura. **Materials Research**, Vol.4, No.3, 205-209, 2001.

KANG, M.; KIM, H.; LEE, S.; SHIN, S. Y. Correlation of Microstructure with tensile and crack tip opening displacement properties at low temperatures in api linepipe steels. **Met. Mater. Int.**, Vol. 21, No. 4 (2015), pp. 628~638

KOZASU, I. **Processing – Thermomechanical Controlled Processing**. In: Materials Science and Technology – A Comprehensive Treatment: Constitution and Properties of Steels, vol 7, VCH, Weinheim, 1992, 186-217.

LANDGRAF, F. J. G.; TAKANOHASHI, R.; CAMPOS, M. F. **Tamanho de grão e textura dos aços elétricos de grão não-orientados**. Depto. De Engenharia Metalúrgica e Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.

MELTER, R. F. **Tenacidade ao Impacto e Resistência a Fadiga do Aço API5LX70 Modificado ao Mb**. Dissertação de Mestrado – Universidade de São Paulo, 2015.

ORDÓÑEZ, R. E. C. **Soldagem e Caracterização das Propriedades Mecânicas de Dutos de Aço API 5L-X80 com Diferentes Arames Tubulares**. Dissertação de Mestrado – UNICAMP, 2004.

OXFORD INSTRUMENTS: Oxford Instruments – The Business of Science. (2015). Disponível em : < <https://www.oxford-instruments.com/products/microanalysis/ebsd>>. Acesso em 29 de outubro de 2016.

PADILHA, A. F.; SICILIANOS JR, F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura**. ABM, São Paulo, 1995.

PLAUT, R. L.; Gorni, A. A.; Nakashima, J. T.; Pereira, M. M.; Silveira, J. H. D. da. Estudos das propriedades mecânicas do aço API X70 produzido por laminação controlada. **Tecnol. Metal. Mater. Miner.**, São Paulo, v.6, n. 1, p. 7-12, jul.-set. 2009.

RANDLE, V. Microstructure determination and its applications. **The Institute of Materials, London**. 1992

RANDLE, V.; ENGLER, O. Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping. **CRC Press**. (2000).

ROSA, R. de A. **Gestão de Operações e Logística I**. Departamento de Ciências da Administração – UFSC. Florianópolis. 2011.

SHIN, S. Y.; HWANG, B.; KIM, S.; LEE. S. Fracture toughness analysis in transition temperature region of API X70 pipeline steels. **Materials Science and Engineering A** 429 (2006) 196-204

SILVA, J. J. M. **Análise de textura e propriedades magnéticas em aços maraging 300 e 350 em várias condições de tratamento**. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal do Ceará. 2005.

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**. Dissertação de Mestrado – Universidade de São Paulo, 2004.

SOUZA, S. A. **Ensaios Mecânicos de Materiais Metálicos – Fundamentos teóricos e práticos**. 5<sup>a</sup> edição. São Paulo: Editora Edgard Blücher Ltda. 1982.

STUART, H. The properties and processing of microalloyed HSLA Steels. **JOM-The journal of the minerals, metals & materials society**. January 1991. p 35-40.

TELLES, Pedro C. S. **Tubulações Industriais – Materiais, Projeto, Montagem**. 10 ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos (LTC Editora), 2012.

TENARIS CONFAB: Tenaris – Tecnologia em produtos. (2004). Disponível em: <[http://www.tenaris.com/TenarisConfab/pt/files/CF\\_Tubos\\_Cond.pdf](http://www.tenaris.com/TenarisConfab/pt/files/CF_Tubos_Cond.pdf)>. Acesso em 27 de novembro de 2016.

TOFFOLO, R. V. B. **Estudo comparativo dos aços microligados API-5L-X60 e API-5L-X70, usados para a confecção de tubos, quanto à tenacidade à fratura**. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal de Outro Preto, 2008.

WELLS, A.A., Unstable Crack Propagation in Metals: Cleavage and Fast Fracture. **Proceedings of the Crack Propagation Symposium**, Vol. 1, Paper 84, Cranfield, UK, 1961.

WU, S. J.; DAVIS, C. L. Investigation of the microstructure and mesotexture formed during TMCR in microalloyed steels. Jounal of Microscopy, v 213, (2004), pp. 262-272.

WULPI, D. J. **Understanding How componente fail**. ISBN: 0 87170-631-8. ASM International. January 2000.