

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DA SOLDAGEM

VINÍCIUS SANTIAGO FERNANDES

**METODOLOGIA PARA ANÁLISE METALGRÁFICA DA REGIÃO DO PONTO
TRIPLO DE TUBOS MECANICAMENTE REVESTIDOS - MLP**

Belo Horizonte

2025

VINÍCIUS SANTIAGO FERNANDES

**METODOLOGIA PARA ANÁLISE METALGRÁFICA DA REGIÃO DO PONTO
TRIPLO DE TUBOS MECANICAMENTE REVESTIDOS - MLP**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Curso de Especialização em Engenharia de Soldagem da Universidade Federal de Minas Gerais, como pré-requisito para a obtenção do título de Engenheiro de Soldagem.

Orientador: Dr. Paulo José Modenesi

BELO HORIZONTE

2025

F363m

Fernandes, Vinícius Santiago.

Metodologia para análise metalográfica da região do ponto tripo de tubos mecanicamente revestidos - MLP [recurso eletrônico] / Vinícius Santiago Fernandes. - 2025.

1 recurso online (19 f.: il., color.) : pdf.

Orientador: Paulo José Modenesi.

“Monografia apresentada ao Curso de Especialização em Engenharia da Soldagem da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais”

Inclui bibliografia.

1. Soldagem. 2. Metalografia. 3. Ligas de níquel. I. Modenesi, Paulo José. II. Universidade Federal de Minas Gerais. Escola de Engenharia. III. Título.

CDU: 621.791



Universidade Federal de Minas Gerais
Escola de Engenharia
Departamento de Engenharia Mecânica
Programa de Pós-Graduação
Curso de Especialização em Soldagem



ATA DE DEFESA DE MONOGRAFIA DE ESPECIALIZAÇÃO

No dia 04/12/2025, às 14:00h, a Comissão Examinadora se reuniu presencialmente para avaliar o trabalho:

Título: Metodologia para análise metalográfica da região do ponto triplo de tubos mecanicamente revestidos – MLP

Nome Completo Aluno: Vinícius Santiago Fernandes

Nº da Matrícula na UFMG: 2024672358


Local: Escola de engenharia da UFMG, sala de seminários 1013

Parecer:

A Comissão Examinadora, após a apresentação pelo (a) candidato (a) durante 20 minutos e após ter argüido o(a) candidato(a) por 10 minutos, é de parecer **FAVORÁVEL** à aprovação do trabalho de monografia com a nota final de 90 e **SEM** sugestões de modificação.

Sugere-se o prazo de XX dias para efetuar-se as modificações sugeridas com revisão final acompanhada e homologada pelo orientador Paulo José Modenesi


Assinaturas:

Documento assinado digitalmente
 PAULO JOSE MODENESI
Data: 06/01/2026 17:28:15-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Orientador: Paulo José Modenesi
UFMG


Prof. Dr. Ariel Rodríguez Arias
Coordenador do Departamento de Engenharia Mecânica
UFMG

Avaliador: Ariel Rodríguez Arias
UFMG

Documento assinado digitalmente
 VINICIUS SANTIAGO FERNANDES
Data: 07/01/2026 08:55:52-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Aluno: Vinícius Santiago Fernandes
CPF:09397036610

RESUMO

O uso de tubos revestidos, especialmente o Mechanically Lined Pipe (MLP), em risers rígidos e tubulações para aplicações em águas ultra profundas cresceu significativamente nas últimas décadas. Essas aplicações demandam um material que resista a ambientes corrosivos em elevadas pressões e temperaturas. O processo de fabricação do MLP consiste em inserir um tubo de revestimento com liga de elevada resistente à corrosão (CRA), geralmente a liga de Níquel 625 é a mais utilizada nesta aplicação, em um tubo suporte de aço carbono, geralmente API-X65QT, posteriormente esse conjunto é submetido à expansão hidrostática para proporcionar a ligação mecânica necessária, e, para finalizar, as extremidades destes tubos são revestidas por soldagem (WO). Ao realizar a soldagem de transição se cria uma região definida como ponto triplo (TP) que é a união metalúrgica entre o tubo de aço carbono, o tubo liner de revestimento e a solda de revestimento. Esta região (TPZ) é, potencialmente, a mais suscetível ao crescimento de defeitos e, assim, deve ser submetida a um controle de qualidade elevado. A especificação técnica da Petrobras I-ET-0000.00-0000-219-P9U-001 recomenda valores máximos para altura de descontinuidades e de gap na região do TP e que a região do TPZ esteja essencialmente livre de carbonetos, nitretos e fases intermetálicas, limitando seu teor a 1% em um campo de visão de 400x. Neste trabalho foi desenvolvida uma metodologia bem definida de caracterização metalográfica, a fim de atender a qualidade requerida nas normas de fabricação de MLP. Foram utilizadas diferentes técnicas microscópicas (MO e MEV) e quatro diferentes ataques químicos para contagem de segunda fase como carbeto, nitreto e fases intermetálicas. Houve uma boa correlação na contagem de segunda fase entre as duas técnicas utilizadas (MO e MEV), no entanto, com o MEV obteve-se uma maior precisão na identificação e quantificação das fases. Para medição de gap entre o liner e o aço carbono e outras descontinuidades na região no TP a melhor opção foi trabalhar com a amostra apenas polida. E para contagem de segunda fase o ataque químico em MLPs de liga Níquel 625 mais preciso foi o ataque eletrolítico oxálico. O estudo conclui que essa metodologia é promissora para inspeção da região TPZ em MLP.

Palavras-chave: MLP, ponto triplo, metalografia, liga de níquel, segunda fase

ABSTRACT

The use of lined pipes, especially Mechanically Lined Pipe (MLP), in rigid risers and pipelines for ultra-deepwater applications has grown significantly in recent decades. These applications demand a material that can withstand corrosive environments at high pressures and temperatures. The MLP manufacturing process consists of inserting a liner pipe with a highly corrosion-resistant alloy (CRA), usually Nickel 625 alloy, into a carbon steel support pipe, generally API-X65QT. Subsequently, this assembly is subjected to hydrostatic expansion to provide the necessary mechanical bond, and finally, the ends of these pipes are welded together (WO). When performing the transition welding, a region defined as the triple point (TP) is created, which is the metallurgical union between the carbon steel pipe, the liner pipe, and the weld. This region (TPZ) is potentially the most susceptible to defect growth and, therefore, must be subjected to high quality control. The Petrobras technical specification I-ET-0000.00-0000-219-P9U-001 recommends maximum values for discontinuity height and gap in the TP region, and that the TPZ region shall be essentially free of carbides, nitrides, and intermetallic phases, limiting their content to 1% in a 400x field of view. In this work, a well-defined metallographic characterization methodology was developed to meet the quality required in MLP manufacturing standards. Different microscopic techniques (OM and SEM) and four different chemical etching techniques were used to count second-phase elements such as carbides, nitrides, and intermetallic phases. There was a good correlation in the second-phase count between the two techniques used (OM and SEM); however, SEM provided greater precision in the identification and quantification of the phases. For measuring the gap between the liner and the carbon steel and other discontinuities in the TPZ region, the best option was to work with a polished sample only. And for second-phase counting, the most accurate chemical etching method on Nickel 625 alloy MLPs was oxalic electrolytic etching. The study concludes that this methodology is promising for inspecting the TPZ region in MLPs.

Keywords: MLP, triple point, metallography, nickel alloy, second phase

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	7
2	MATERIAIS E MÉTODOS	8
	2.1. Amostras e preparo metalográfico	8
	2.2. Análise de descontinuidade metalúrgica tipo “feature” no ponto triplo.....	8
	2.3. Técnicas de preparação, análise e contagem de fases.....	9
3	RESULTADOS	11
	3.1. Medições das descontinuidades tipo feature.....	11
	3.2. Análise metalográfica de fase deletérias MO e MEV.....	11
4	DISCUSSÃO	17
5	CONCLUSÕES.....	18
6	AGRADECIMENTOS.....	18
7	REFERÊNCIAS.....	18

CNES2025-2358

METODOLOGIA PARA ANÁLISE METALGRÁFICA DA REGIÃO DO PONTO TRIPLO DE TUBOS MECANICAMENTE REVESTIDOS - MLP

Autor 1: Vinícius Santiago Fernandes, viniciussantiagof@gmail.com

Autor 2 (externo): Tiago Kaspary, tiago.kaspary@cladtek.com

Orientador: Paulo José Modenesi, modenesi@demet.ufmg.br

Resumo: O uso de tubos revestidos, especialmente o Mechanically Lined Pipe (MLP), em risers rígidos e tubulações para aplicações em águas ultra profundas cresceu significativamente nas últimas décadas. Essas aplicações demandam um material que resista a ambientes corrosivos em elevadas pressões e temperaturas. O processo de fabricação do MLP consiste em inserir um tubo de revestimento com liga de elevada resistente à corrosão (CRA), geralmente a liga de Níquel 625 é a mais utilizada nesta aplicação, em um tubo suporte de aço carbono, geralmente API-X65QT, posteriormente esse conjunto é submetido à expansão hidrostática para proporcionar a ligação mecânica necessária, e, para finalizar, as extremidades destes tubos são revestidas por soldagem (WO). Ao realizar a soldagem de transição se cria uma região definida como ponto triplo (TP) que é a união metalúrgica entre o tubo de aço carbono, o tubo liner de revestimento e a solda de revestimento. Esta região (TPZ) é, potencialmente, a mais suscetível ao crescimento de defeitos e, assim, deve ser submetida a um controle de qualidade elevado. A especificação técnica da Petrobras I-ET-0000.00-0000-219-P9U-001 recomenda valores máximos para altura de descontinuidades e de gap na região do TP e que a região do TPZ esteja essencialmente livre de carbonetos, nitretos e fases intermetálicas, limitando seu teor a 1% em um campo de visão de 400x. Neste trabalho foi desenvolvida uma metodologia bem definida de caracterização metalográfica, a fim de atender a qualidade requerida nas normas de fabricação de MLP. Foram utilizadas diferentes técnicas microscópicas (MO e MEV) e quatro diferentes ataques químicos para contagem de segunda fase como carbetos, nitretos e fases intermetálicas. Houve uma boa correlação na contagem de segunda fase entre as duas técnicas utilizadas (MO e MEV), no entanto, com o MEV obteve-se uma maior precisão na identificação e quantificação das fases. Para medição de gap entre o liner e o aço carbono e outras descontinuidades na região no TP a melhor opção foi trabalhar com a amostra apenas polida. E para contagem de segunda fase o ataque químico em MLPs de liga Níquel 625 mais preciso foi o ataque eletrolítico oxálico. O estudo conclui que essa metodologia é promissora para inspeção da região TPZ em MLP.

Palavras-chave: MLP, ponto triplo, metalografia, liga de níquel, segunda fase

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento e aplicação de tubos cladeados têm se mostrado estratégicos em projetos da indústria de óleo e gás, especialmente em ambientes agressivos onde se exige elevada resistência à corrosão associada à integridade estrutural. Neste contexto, os tubos do tipo Mechanically Lined Pipe (MLP), compostos por um tubo externo de aço carbono, um liner interno em liga resistente à corrosão, geralmente a liga de níquel ASTM B443 - Alloy 625 e as pontas finalizadas em soldagem de revestimento para junção metalúrgica, representam uma solução amplamente adotada (Kaspary *et al.*, 2023; Loureiro *et al.*, 2025).

Apesar de sua eficiência mecânica e proteção anticorrosiva, a interface formada na região conhecida como ponto triplo (TP), onde esses três materiais distintos fazem interface, necessita de um controle metalúrgico preciso. A combinação de diferentes coeficientes de dilatação térmico, gradientes de composição e as condições impostas pelo processo de soldagem tornam esta região propensa à formação de descontinuidades, precipitações e compostos intermetálicos como carbonetos, nitretos e fases laves, que em excesso podem comprometer a resistência a corrosão ou tenacidade do TPZ (Loureiro *et al.*, 2025; Reda *et al.*, 2024).

De acordo com a Petrobras (Especificação Técnica I-ET-3A36.05-1500-210-XSA-0595, 2020) a região do ponto triplo deve possuir alguns critérios de aceitação. Para descontinuidades características “Triple Point Features”, que ocorrem no TP, essas não devem exceder $t/10$, limitados a uma altura máxima 0,4 mm. Além disto, a região do TP deve

ser essencialmente livre dessas fases deletérias, limitando-se a um máximo de 1% por campo de visão com aumento de 400x. Essa exigência reflete a preocupação com a integridade da região do ponto triplo (Loureiro, *et al.*, 2025).

A caracterização metalográfica do TP, portanto, torna-se uma etapa crucial para assegurar a conformidade técnica e garantir a confiabilidade do produto. Contudo, a quantificação dessas fases exige metodologias analíticas sensíveis e reprodutíveis, que sejam capazes de distinguir, com precisão, diferentes morfologias e naturezas químicas das fases presentes. Métodos como a microscopia óptica (MO) e a microscopia eletrônica de varredura (MEV), associados a ataques químicos seletivos, vêm sendo explorados com esse fim.

Observa-se na literatura diferentes soluções para análise microestrutural em ligas 625 (ASTM E407-07, 2015; Bunaziv, 2019; Vander Voort, 2023), no entanto, não é comum estudos sistemáticos que comparem, sob as mesmas condições experimentais, a eficácia de diferentes soluções de ataque químico para a revelação das fases deletérias em ligas de níquel soldadas. Além disso, ainda é incipiente a discussão sobre a correlação entre os resultados obtidos por MO e MEV, especialmente no contexto industrial aplicado a tubos MLP.

Neste trabalho, busca-se suprir essa lacuna ao definir uma metodologia bem definida de medição da descontinuidade no ponto triplo, denominada como triple point feature (Loureiro *et al.*, 2025; Reda *et al.*, 2024), e de contagem de intermetálicos utilizando quatro métodos de ataque químico; água régia, glicerégia, Kalling's e oxálico, testados e recomendados para liga de níquel 625 (ASTM E407-07, 2015; Vander Voort, 2023). A análise envolveu diferentes tempos de ataque e combinou observações por MO e MEV, além de confirmação composicional por espectroscopia de dispersão de energia (EDS). O objetivo foi identificar a metodologia mais eficiente para quantificação das fases deletérias e discutir sua aplicabilidade como prática recomendada na inspeção metalográfica da região do TP.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Amostras e preparo metalográfico

Foram analisadas amostras de MLP, compostas por aço carbono DNVGL 450 SFPDU com diâmetro externo de 215,1 mm e espessura de 22,0 mm, e liner de liga de níquel ASTM B443, superliga 625, com diâmetro externo de 163,4 mm e espessura de 3,1 mm e solda de revestimento de liga 625. Quatro amostras da região do ponto triplo (TP), foram preparadas para análise metalográfica conforme os passos a seguir.

O corte foi cuidadosamente orientado perpendicularmente à superfície do tubo para garantir o esquadramento da amostra. Foi utilizado esquadro para garantir a qualidade do corte, que deve ser realizado de forma a 'empurrar' o liner contra o substrato de aço carbono, ou seja, o corte no sentido do diâmetro interno (ID) para o diâmetro externo (OD) do MLP. O preparo metalográfico incluiu lixamento com lixas d'água de granulometria progressiva até 1200 e polimento com pasta de diamante até 1 μ m, em seguida lavagem com água destilada e secagem cuidadosa com ar quente. A região do TP foi seccionada de forma a permitir a visualização tanto da interface aço/liner quanto do overlay, Figura 1.

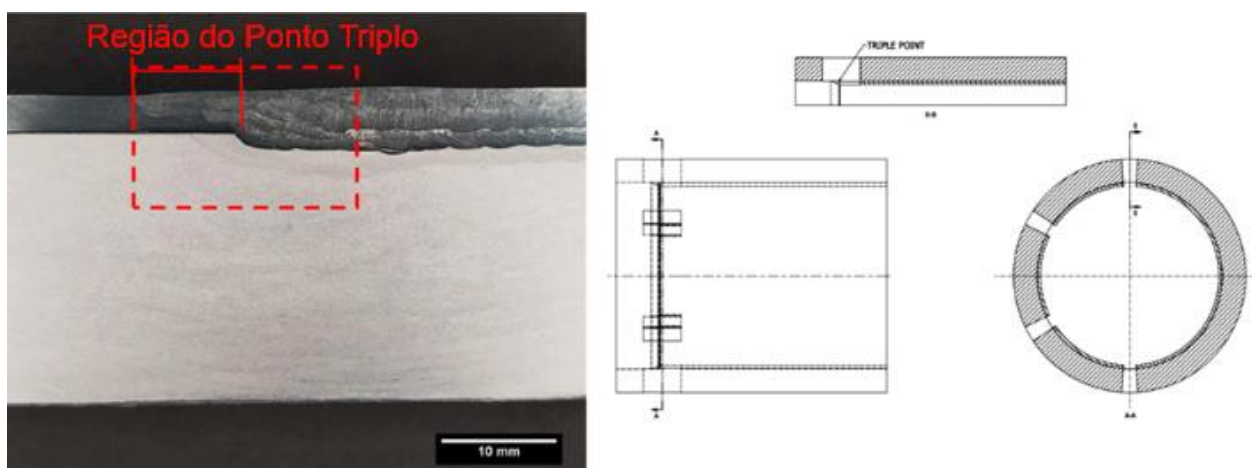


Figura 1 - Corte das amostras na região do ponto triplo.

2.2. Análise de descontinuidade metalúrgica tipo “feature” no ponto triplo

Para análise da descontinuidade, “feature” no TP (Loureiro *et al.*, 2025; Reda *et al.*, 2024), a amostra não deve ser atacada quimicamente. Para análise de micrografia, utilizar microscópio óptico com aumento de 50x e 100x. Primeiro deve-se alinhar a amostra pelo topo do liner, traçando uma reta no topo do liner, Figura 2. Medir o gap na posição a 1 mm de distância do TP 50x de magnitude e 0,5 mm do TP 100x e o tamanho da feature deve ser medida com 2 casas decimais de precisão, utilizar a base do liner como referência para medir a feature, traçando uma reta na base do liner passando

sobre a região do TP e medindo a altura da feature a partir desta linha base, foi utilizado uma escala na posição vertical para se ter uma melhor referência. Deve-se tomar cuidado na secagem da amostra para não ter líquido escorrendo por capilaridade e manchá-la, evitando erros de medições.

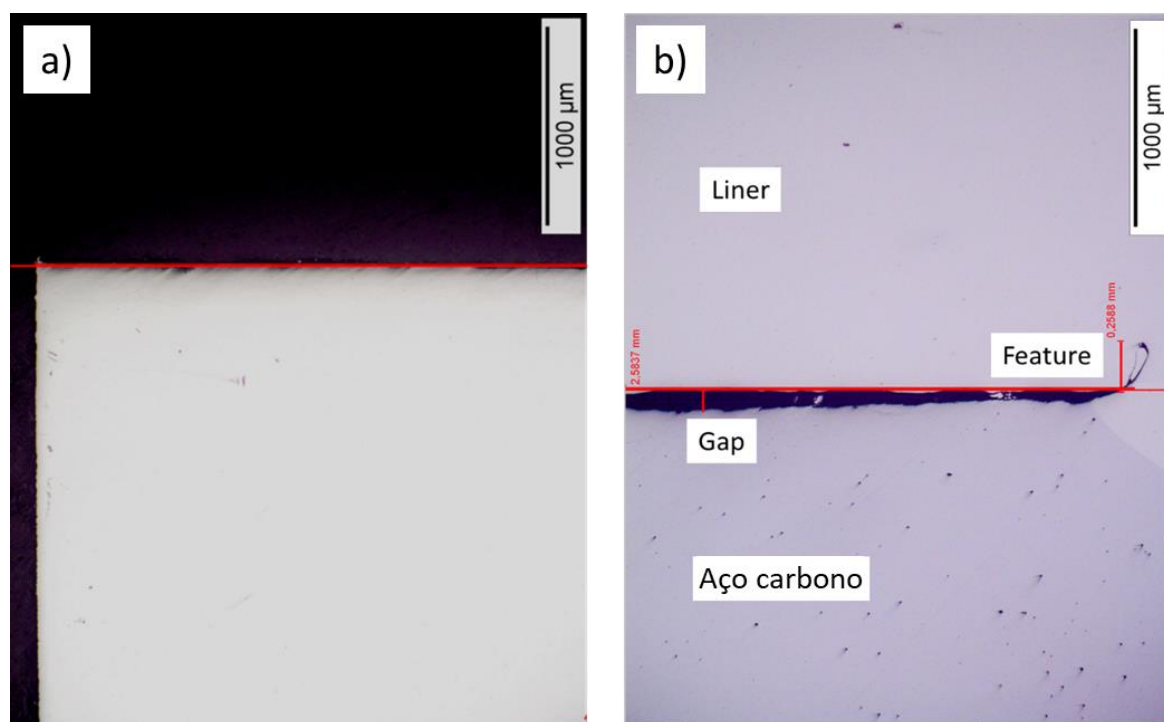


Figura 2 - Metodologia para análise da feature a) alinhamento da amostra b) traçar reta na base do liner e medir altura da feature.

2.3. Técnicas de preparação, análise e contagem de fases

Foram testados 4 tipos de reagentes para revelar a microestrutura, os ataques químicos foram aplicados em 3 diferentes intensidades (fraco, médio e forte), totalizando 12 combinações por amostra em 4 amostras, ou seja, 48 micrografias. Os ataques foram realizados por fricção (swab) ou pelo método eletrolítico, conforme descrito na Tabela 1:

Tabela 1 - Tipos de ataques químicos e metodologia de aplicação.

Reagente	Método de Aplicação	Intensidades (s)	Tensão Aplicada (V)
Água Régia	Swab	3 / 10 / 30	N/A
Glicerégia	Swab	3 / 10 / 30	N/A
Kalling's	Swab	3 / 10 / 30	N/A
Oxálico	Eletrolítico	3 / 6 / 9	4

Todas as condições de ataque foram aplicadas nas quatro amostras. A escolha do tempo e do método visou avaliar a eficiência para revelar as fases deletérias, como carbonetos, nitretos e fases intermetálicas (incluindo fases laves), conforme os requisitos da Petrobras (Especificação Técnica I-ET-3A36.05-1500-210-XSA-0595, 2020).

Após os ataques químicos, as amostras foram analisadas por microscopia óptica (MO) e por microscopia eletrônica de varredura (MEV). A contagem foi realizada em área definida a partir de 0,5 mm abaixo da superfície usinada (linha vermelha) e 1,5 mm à direita da linha do ponto triplo, esta é uma região próxima ao contato com o fluido e também do TP, Figura 3. A ampliação utilizada foi de 500x MO, Figura 4 e 400x MEV, Figura 5 conforme (Especificação Técnica I-ET-3A36.05-1500-210-XSA-0595, 2020). Para quantificação das fases deletérias, foi utilizada análise automática de imagem por Software Olympus (ASTM E1245, 2019). A caracterização química das fases foi complementada, quando necessário, por espectroscopia de dispersão de energia (EDS). O limite máximo aceitável para a fração volumétrica de fases deletérias deve ser de 1,0%, conforme definido na especificação (Especificação Técnica I-ET-3A36.05-1500-210-XSA-0595, 2020).

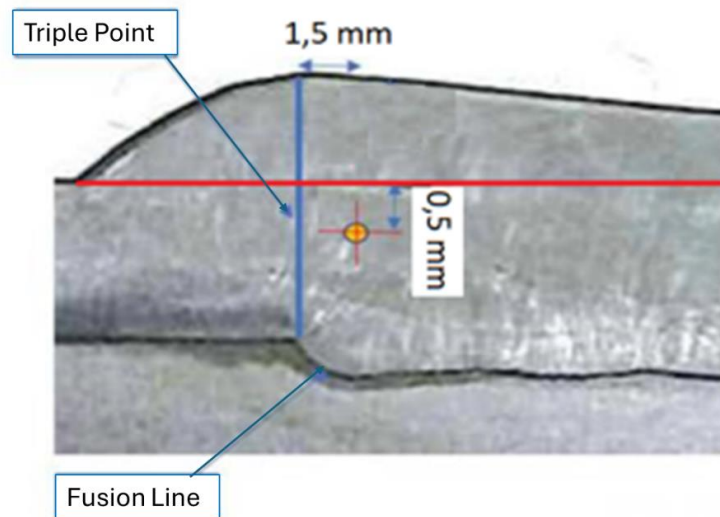


Figura 3- Região de interesse para quantificar as fases deletérias.

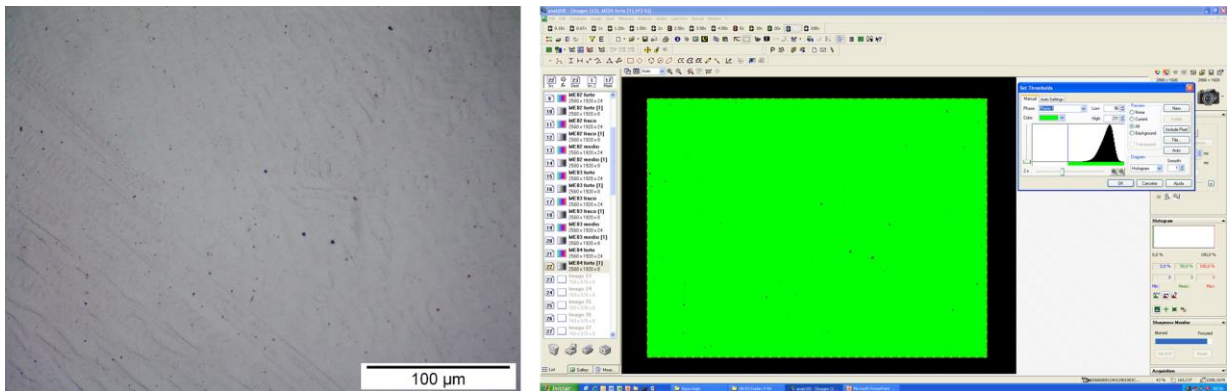


Figura 4- Contagem de segunda fase por análise automática de imagem com MO (500x)..

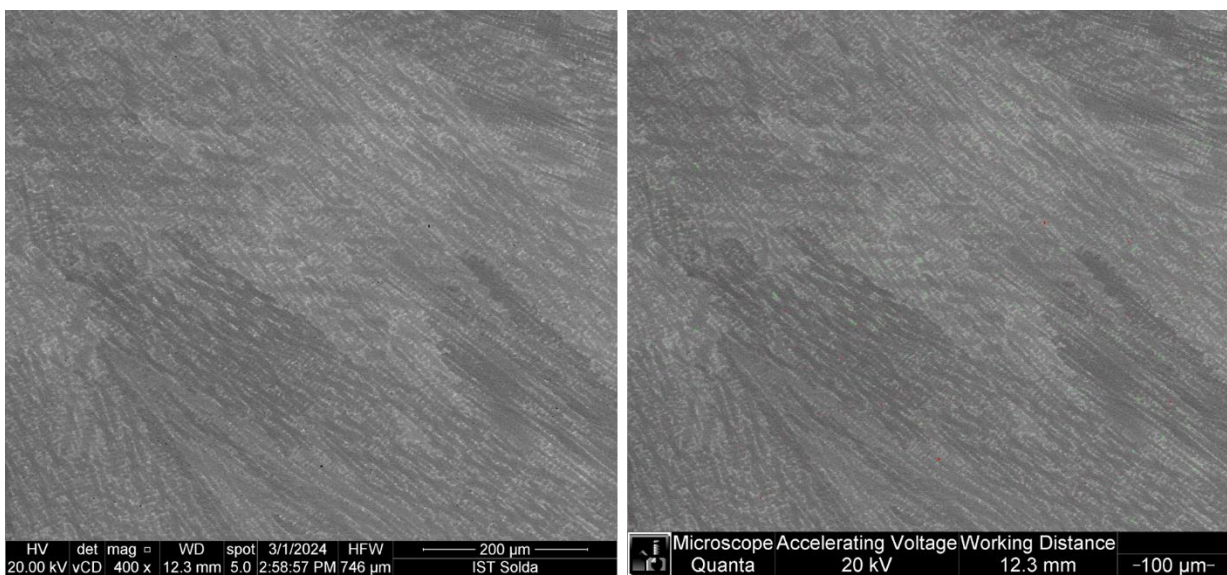


Figura 5- Contagem de segundas fases por análise automática de imagens MEV (400x).

3. RESULTADOS

3.1. Medições das descontinuidades tipo feature

A partir da metodologia descrita no subitem 2.2 foram realizadas diversas análises de TP features em diferentes MLP's com intuito de verificar a eficácia do método desenvolvido. A Figura 6 ilustra diferentes MLP's com valores de gap e features medidos, já na Figura 7 estão apresentados os dados estatísticos de todas as medições de features realizadas, sendo o valor de espessura do liner de 3,1 mm, o valor máximo da feature conforme a especificação (Especificação Técnica I-ET-3A36.05-1500-210-XSA-0595, 2020) é de 0,31 mm. As análises das features apresentaram uma distribuição normal, com média de 0,12 mm e o valor máximo de 0,34 mm.

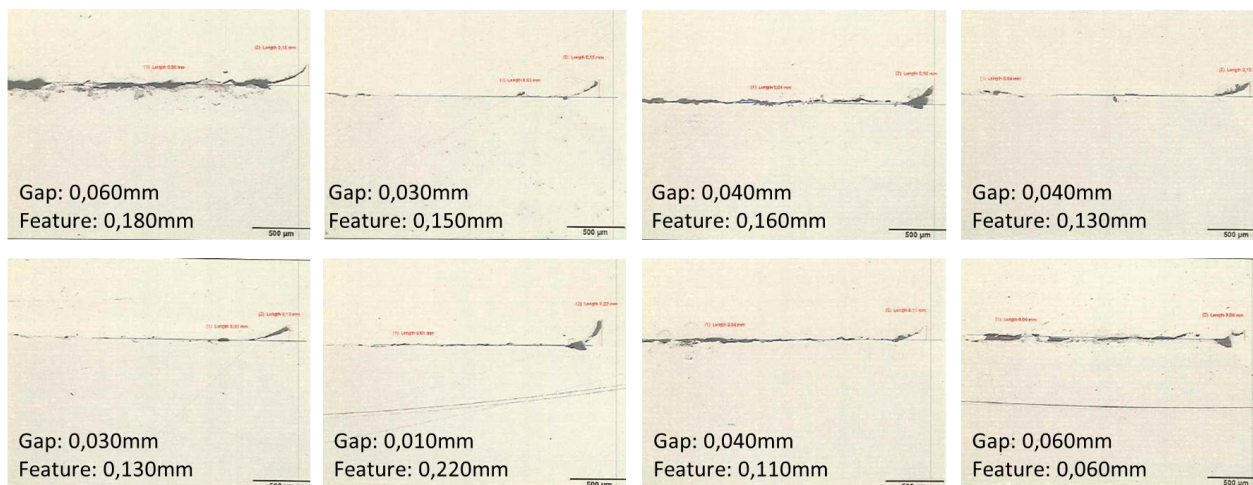


Figura 6 - Medições de gap e TP feature conforme metodologia.

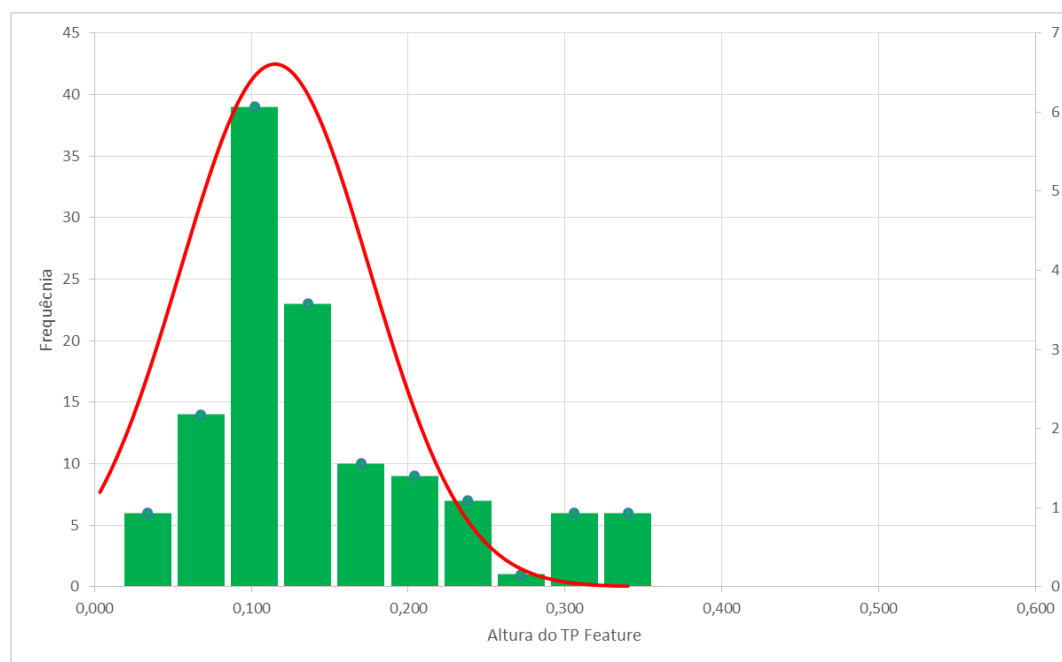


Figura 7- Distribuição estatística das descontinuidades tipo TP feature.

3.2. Análise metalográfica de fase deletérias MO e MEV

3.3. Água Régia

A aplicação do ataque com água régia revelou a presença de pontos escuros, identificados como possíveis fases secundárias, nas quatro amostras ensaiadas. As análises foram realizadas nas três intensidades (fraco, médio e forte), conforme já apresentado na Tabela 1, com registros em microscopia óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV). As metalografias obtidas com a intensidade do ataque forte estão apresentadas nas Figuras 8 e 9. A contagem automatizada das fases foi realizada com suporte do MEV, e a confirmação da composição química de uma segunda fase foi feita por

EDS, Figura 10. Não houve diferença significativa na contagem, alterando a intensidade do ataque químico, sendo que, com ataque fraco 0,05% e com forte 0,06%, valores muito abaixo de 1% especificado pela Petrobras.

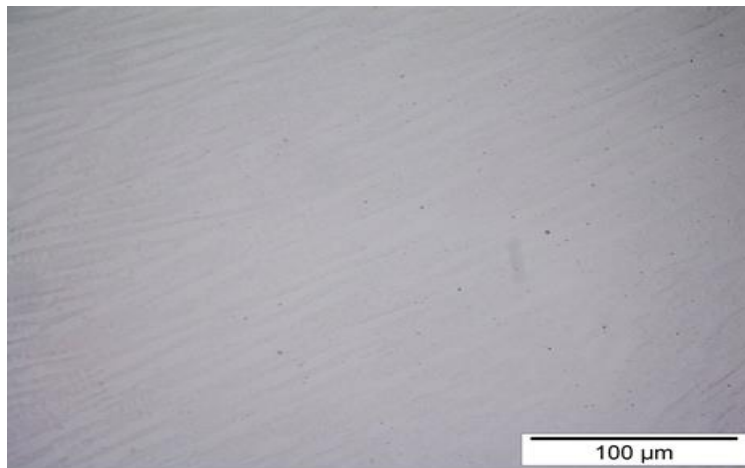


Figura 8- Micrografia óptica após ataque com água régia na condição forte (500x).

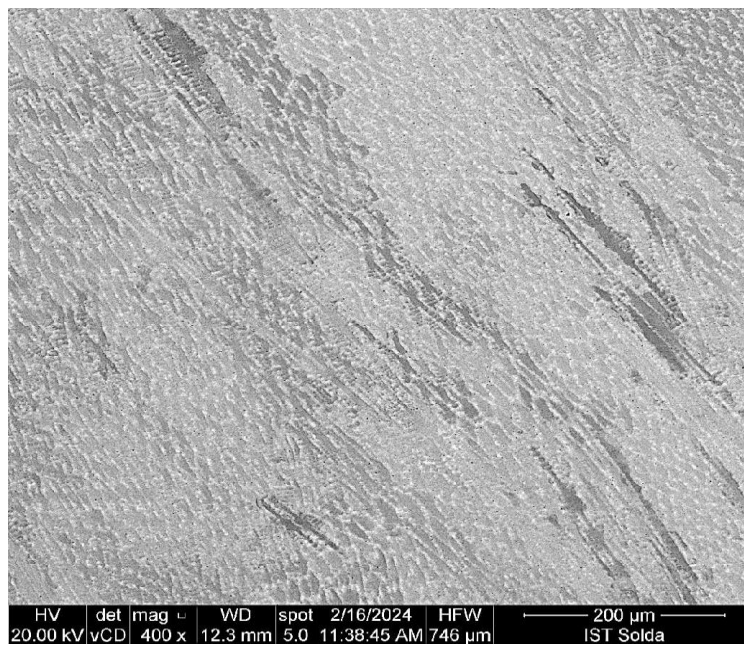


Figura 9 – Imagem de MEV de amostra submetida ao ataque forte com água régia (400x).

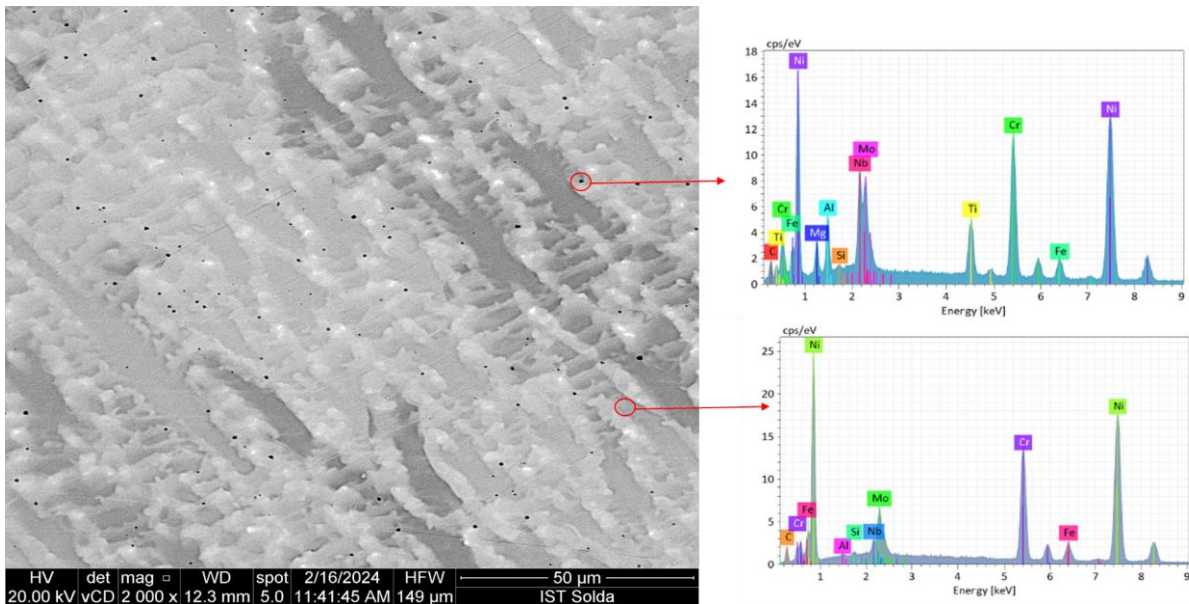


Figura 10- Espectro EDS indicando composição da matriz e das partículas reveladas com ataque forte de água régia (2000x).

3.4. Glicerégia

As análises com glicerégia apresentaram comportamento visual semelhante ao com água régia, com formação de precipitados escuros identificáveis no MO e MEV, Figuras 11 e 12, mesmo com a condição de ataque forte. Também não ocorreu diferença significativa na contagem, alterando a intensidade do ataque químico, sendo que, com ataque fraco foi de 0,05% e com forte 0,04%.

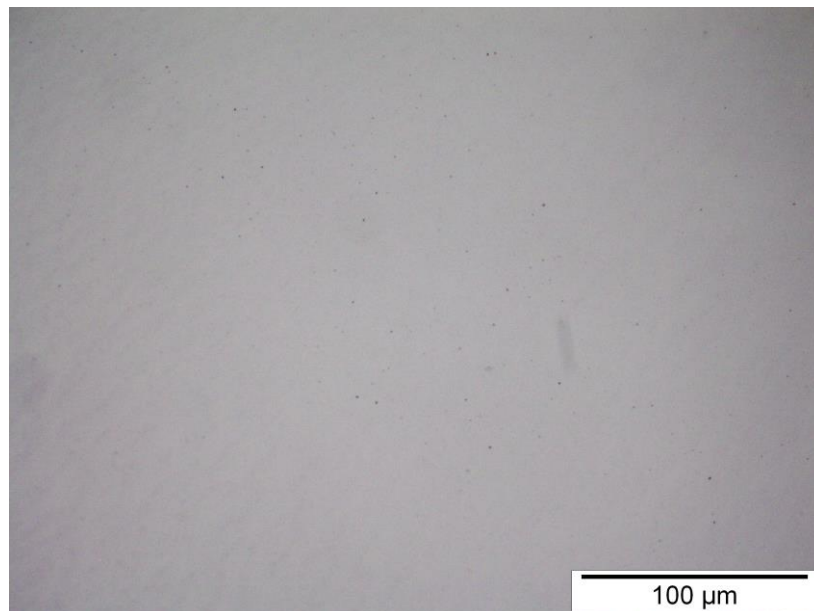


Figura 11 - Micrografia óptica após ataque com glicerégia na condição forte (500x).

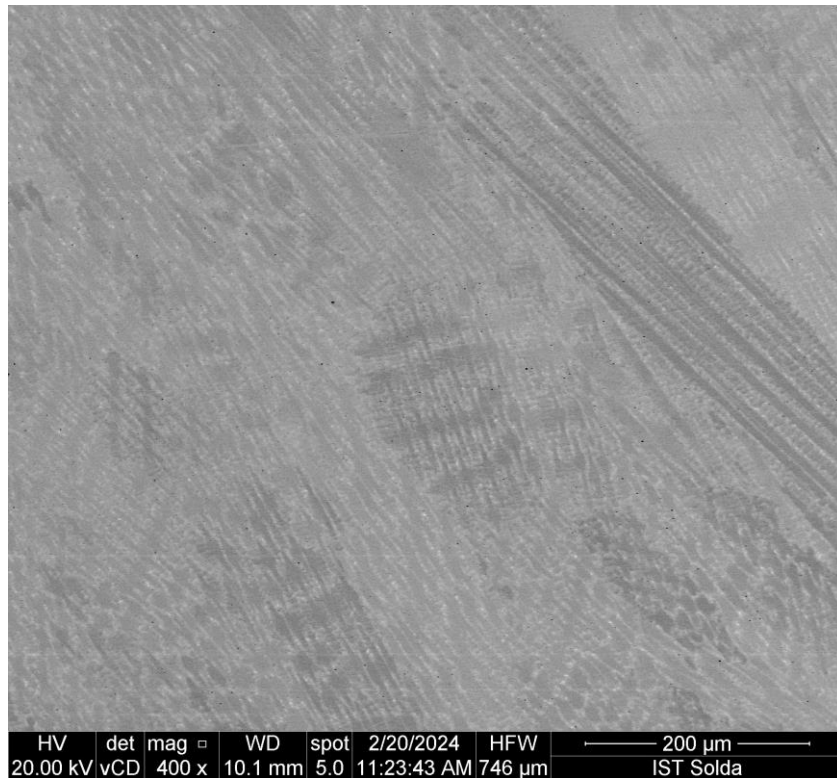


Figura 12- Imagem de MEV de amostra submetida ao ataque forte com glicerégia (400x).

3.5. Kalling's

Para o ataque com Kalling's, as análises também foram realizadas nas três intensidades. Observa-se nas micrografias que o ataque revelou bem a estrutura dendrítica, Figuras 13 e 14, no entanto, para análise de segunda fase os valores foram levemente inferiores aos outros ataques, com ataque fraco a fração de precipitados foi de 0,02% e com forte também foi de 0,02%.

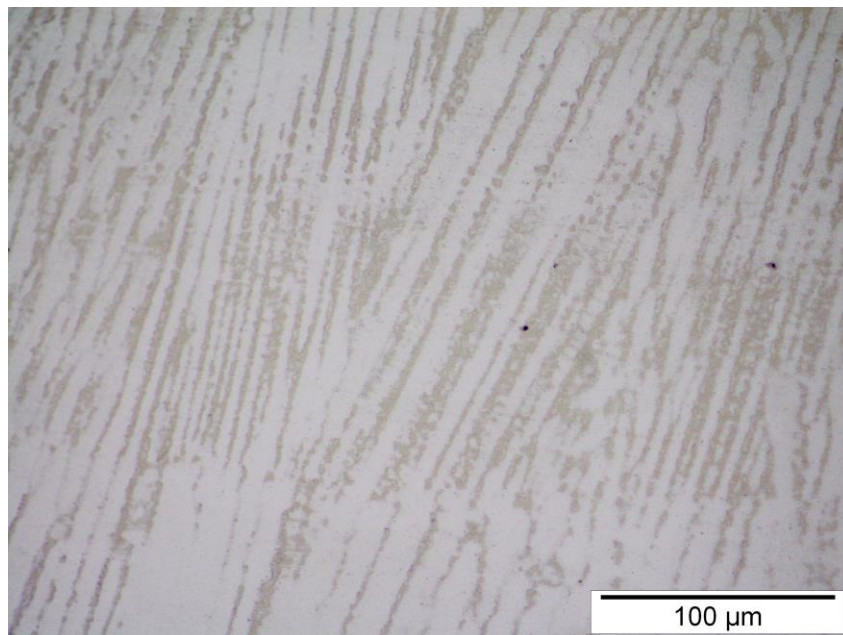


Figura 13 - Micrografia óptica após ataque com Kalling's na condição forte (500x).

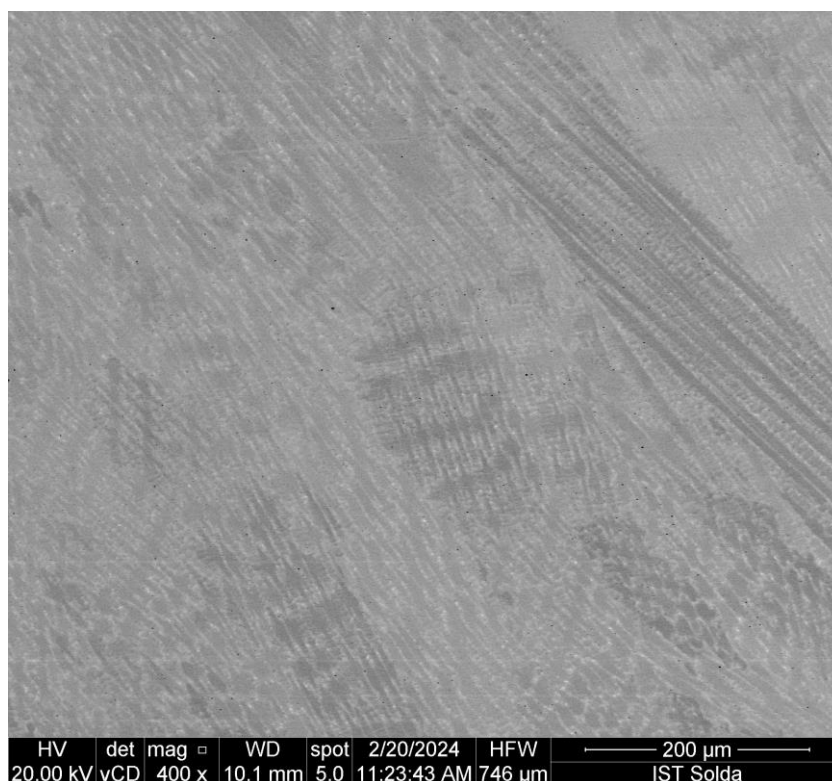


Figura 14 - Imagem de MEV de amostra submetida ao ataque forte com Kalling's (400x).

3.6. Oxálico

O ataque oxálico eletrolítico foi conduzido aplicando-se 4 volts e variando os tempos em 3, 6 e 9 segundos, conforme Tabela 1. Na condição de ataque fraco e médio obteve-se resultados similares aos ataques anteriores com frações de segunda fase de 0,02% e 0,03%, no entanto, com ataque forte, o resultado foi bem distinto e na revelação simultânea de duas morfologias: precipitados escuros e estruturas brancas distribuídas nos contornos dendríticos. As imagens de MEV, Figuras 15 e 16 demonstram essas morfologias e a contagem automatizada evidenciou frações superiores de fases deletérias. As análises EDS complementam a caracterização composicional das partículas. Na análise com ataque químico oxálico forte foram observadas 2 fases e o valor da contagem foi mais alto devido a identificação de 2 fases, pela contagem obteve-se 0,13 de fase escura e 0,12 fase clara totalizando 0,25%, valor abaixo de 1%, no entanto, muito superior aos demais ataques em diferentes condições, pois nos outros somente foi observado a fase escura, o EDS comparativo entre a matriz e as 2 fases identificadas confirmou a hipótese de realmente serem uma fase ou precipitado, com empobrecimento de níquel e cromo e aumento no teor de titânio e nióbio na fase escura e ferro, nióbio e molibdênio na fase clara, Figura 17 e Tabela 2.

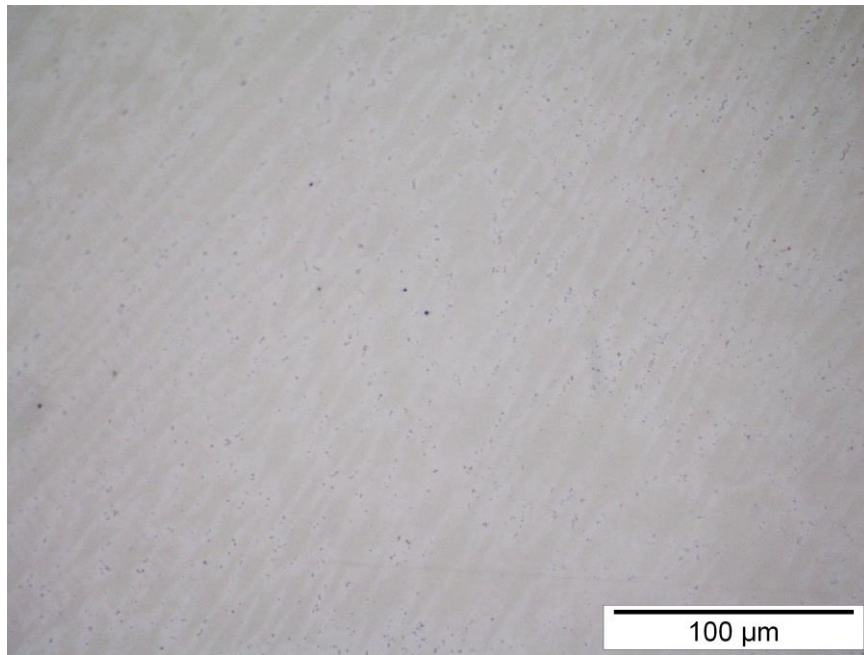


Figura 15- Micrografia óptica após ataque com oxálico na condição forte (500x).

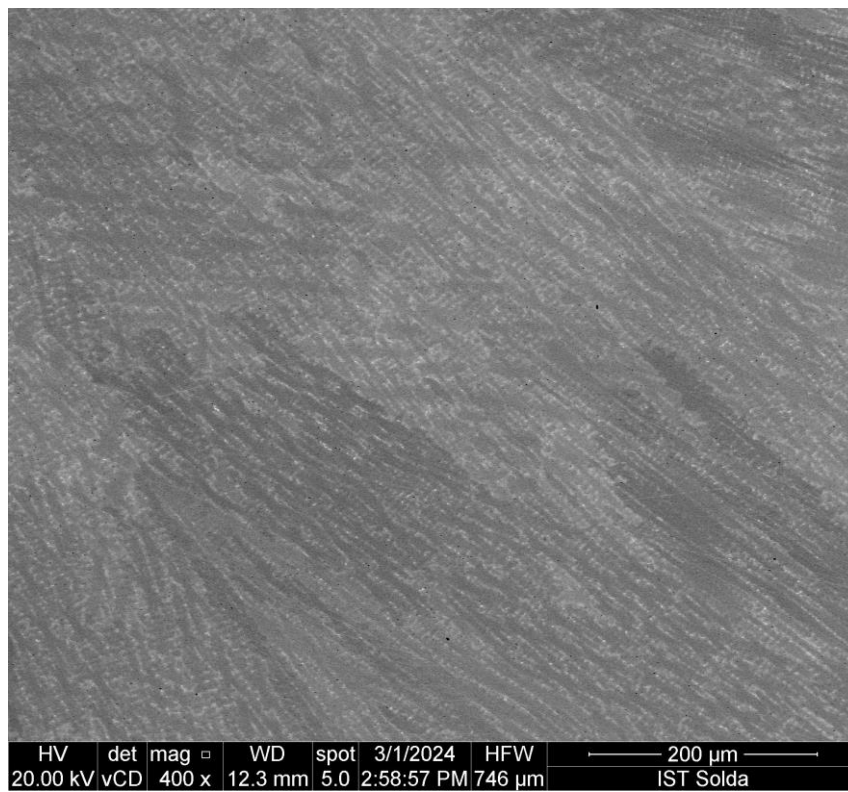


Figura 16 - Imagem de MEV de amostra submetida ao ataque forte com oxálico (400x).

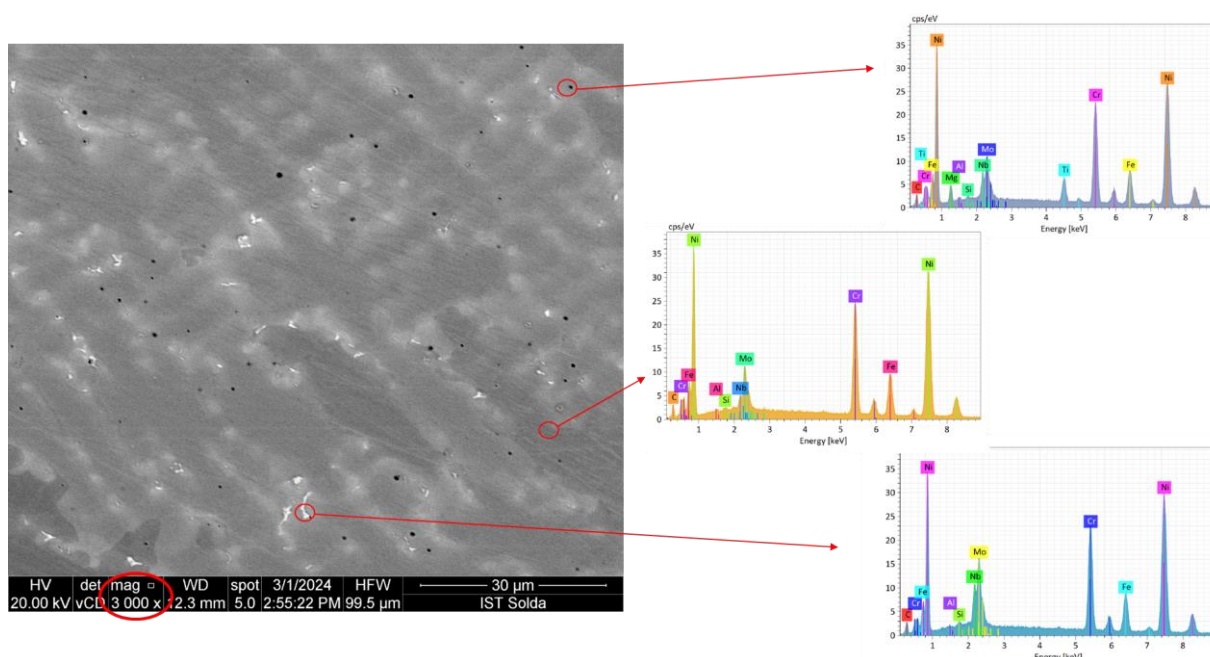


Figura 17- Espectro EDS indicando composição da matriz e das partículas reveladas com ataque oxálico forte (3000x).

Tabela 2 - Espectro EDS composição química matriz austenítica e fases/precipitados.

Elemento	N° Atômico	Matriz (% massa)	Fase escura (% massa)	Fase clara (% massa)
Cr	24	20,05	17,13	17,54
Fe	26	4,18	3,20	8,94
Ni	28	59,50	44,86	51,06
Nb	41	2,26	10,10	6,82
Mo	42	7,13	6,53	9,37
Ti	22	-	5,57	-

4. DISCUSSÃO

A metodologia desenvolvida para preparação e medição do TP feature teve uma excelente repetibilidade e foi muito consistente, por se tratar de uma descontinuidade muito pequena em uma região complexa, deve-se seguir à risca a metodologia para que não ocorra dispersão ou até mesmo a desqualificação de um produto conforme. O esquadramento e o sentido do corte, realizado do ID para o OD do MLP, influenciam diretamente nos resultados de medições do gap e da TP feature, caso não sejam realizados desta forma essas medidas podem se apresentar maior do que o real. Na preparação metalográfica é fundamental que a amostra seja apenas polida e secada corretamente, pois caso a amostra esteja atacada ou com resquícios de água ela pode manchar a região do TP podendo ocorrer a medição incorreta.

A avaliação comparativa dos diferentes ataques químicos aplicados à região do ponto triplo permitiu não apenas observar a revelação morfológica das fases deletérias, mas também testar a robustez da metodologia frente às exigências normativas, em especial à especificação Petrobras I-ET-0000.00-0000-219-P9U-001. Dentre as abordagens utilizadas, o ataque oxálico, conduzido por via eletrolítica, destacou-se pela sua capacidade de evidenciar simultaneamente duas morfologias distintas de fases: partículas escuras, presentes em todos os tipos de ataque, e regiões claras distribuídas nos contornos dendríticos. Essa diferenciação foi possível apenas com o oxálico em intensidade forte (9 s a 4 V), indicando sua melhor eficiência na revelação de fases intermetálicas.

Além da eficácia morfológica, o ataque oxálico demonstrou boa estabilidade superficial, sem ocorrência de super ataque, e favoreceu a obtenção de imagens de alta definição no MEV. Tal desempenho sugere que essa condição específica pode ser a mais apropriada para investigações voltadas à avaliação da integridade estrutural da zona do ponto triplo em ligas de níquel.

No que diz respeito à conformidade com os requisitos normativos, a metodologia adotada mostrou-se aderente às orientações estabelecidas para quantificação de fases deletérias em campos de visão de 400x ou 500x, com limite máximo de 1,0% de fração volumétrica. A combinação de análise por microscopia óptica (MO) com confirmação via MEV e caracterização química por EDS constituiu uma abordagem completa, alinhada com os padrões técnicos de controle metalúrgico para tubos MLP. Para definição de uma metodologia mais assertiva, na fase de investigação dos ataques químicos foi necessário utilizar maiores magnitudes no MEV até 3000x e a técnica de EDS, confirmando os precipitados e outras fases diferentes da matriz austenítica, isso confirmou que a contagem estava coerente. Essa sequência de técnicas para revelação, quantificação e validação química garantiu não apenas a robustez estatística dos dados obtidos, mas também a rastreabilidade dos resultados frente à variabilidade de preparo e ataque.

Observou-se também boa correlação entre os dados obtidos por MO e os registros em MEV com contagem automática. Embora pequenas variações de contagem tenham sido registradas entre as técnicas, especialmente nas condições de ataque fraco, a tendência geral de distribuição e concentração de fases foi mantida. Esse alinhamento reforça a confiabilidade da análise óptica como método preliminar de triagem, desde que associada a condições de ataque químico adequado.

Por fim, ressalta-se que, embora os três reagentes por swab (água régia, glicerégia e Kalling's) tenham apresentado desempenho satisfatório na revelação das fases escuras, nenhum deles demonstrou a capacidade de identificar morfologias compostas como o ataque oxálico. Essa limitação, somada à menor resolução de contraste em MEV, restringe o uso isolado desses reagentes em contextos onde a caracterização completa das fases intermetálicas.

5. CONCLUSÕES

A metodologia de preparação e medição da descontinuidade tipo feature no ponto triplo foi uma padronização eficiente e que mitigou os erros de medições que poderiam ocorrer, observa-se valores condizentes e com uma boa relação estatística, por ser uma descontinuidade muito pequena é essencial seguir a metodologia de preparação da amostra e análise da descontinuidade para evitar erros e dispersões.

A aplicação de diferentes reagentes químicos para revelar a microestrutura na região do ponto triplo permitiu avaliar com precisão as limitações e potencialidades de cada metodologia. Entre os ataques testados, o oxálico eletrolítico forte (9 s a 4 V) demonstrou desempenho superior, sendo o único capaz de evidenciar simultaneamente duas morfologias distintas de fases deletérias. Essa característica o torna especialmente adequado para aplicações em que a detecção de fases precipitados e fases intermetálicas.

A metodologia utilizada mostrou-se compatível com os requisitos técnicos estabelecidos pela especificação Petrobras I-ET-0000-00-0000-219-P9U-001, tanto no que se refere à preparação das amostras quanto à quantificação da fração volumétrica das fases deletérias. A integração das análises por microscopia óptica, eletrônica de varredura e espectroscopia por dispersão de energia garantiu robustez na identificação e quantificação das fases, assegurando a confiabilidade dos resultados.

Observou-se ainda uma boa consistência entre os dados obtidos por MO e MEV, confirmando que a análise óptica, quando associada a protocolos de ataque bem definidos, pode ser utilizada como ferramenta eficaz.

6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a Cladtek do Brasil pela possibilidade de realizar este trabalho de pesquisa e desenvolvimento.

7. REFERÊNCIAS

- American Society for Testing and Materials, 2015. "ASTM E407-07 (2015): Standard practice for microetching metals and alloys". ASTM International, [s.l.].
- American Society for Testing and Materials, 2019a. "ASTM E1245: Standard practice for determining the inclusion or second-phase constituent content of metals by automatic image analysis". ASTM International, [s.l.].
- American Society for Testing and Materials, 2019b. "ASTM E562: Standard test method for determining volume fraction by systematic manual point count". ASTM International, West Conshohocken, 7 p.
- Bunaziv, I., Olden, V. and Akselsen, O.M., 2019. "Metallurgical aspects in the welding of clad pipelines—A global outlook". Applied Sciences, Basel, Vol. 9, No. 15, p. 3118. <https://doi.org/10.3390/app9153118>.
- Dai, T. and Lippold, J.C., [s.d.]. "Precipitation behavior and hardness response of Alloy 625 weld overlay under different aging conditions". [S.l.].
- DNV, 2021. "DNV ST F101: Submarine pipeline systems". DNV, Oslo.
- Especificação Técnica I-ET-3A36.05-1500-210-XSA-0595, 2020. "Pipeline – Mechanically Lined Pipe (MLP)". Petrobras, Rio de Janeiro.
- Kaspary, T., Menezes, C.E.B., Pisano, J., Montague, P.A. and Moura, S., 2023. "CLADTEK's experience with MLP fabrication in Brazil for pre-salt riser application". In Rio Pipeline Conference; Exhibition, Rio de Janeiro. Anais... IBP, Rio de Janeiro. ISSN 2447-2069.
- Kumar, V. et al., 2010. "CRA weld overlay – Influence of welding process and parameters on dilution and corrosion resistance". In Stainless Steel World America, Houston.

- Loureiro, J.P. et al., 2025. “The experience on the first MLP fully manufactured in Brazil: Challenges and innovations”. In Rio Pipeline; Logistics Event, Rio de Janeiro. Anais... IBP, Rio de Janeiro. Trabalho 4838.
- Reda, A. et al., 2024. “Full-scale testing on corrosion resistant alloy-mechanically lined pipes (CRA-MLPs) for submarine pipeline applications”. In Proceedings of the 43rd International Conference on Ocean, Offshore and Arctic Engineering, Singapore. ASME, New York. OMAE2024.
- Vander Voort, G.F., 2023. “Metallography of superalloys”. Industrial Heating, [s.l.], Oct. Available at: www.industrialheating.com. Acessado em: 10 Mar. 2025.