

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Dissertação de Mestrado

“INFLUÊNCIA DOS TEORES DE CARBONO  
E MANGANÊS NO GRAU DE BANDEAMENTO  
MICROESTRUTURAL E NA RESISTÊNCIA A HIC  
DE CHAPAS DE AÇO ASTM-A516 GRAU 70  
NORMALIZADAS”

Autor: Carlos Henrique Lopes  
Orientador: Prof. PhD. Ronaldo Antônio Neves Marques Barbosa  
Co-orientador: Dr. Odair José dos Santos

Abril / 2011

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS  
Curso de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas

Carlos Henrique Lopes

“INFLUÊNCIA DOS TEORES DE CARBONO E MANGANÊS NO GRAU DE  
BANDEAMENTO MICROESTRUTURAL E NA RESISTÊNCIA A HIC DE CHAPAS DE  
AÇO ASTM-A516 GRAU 70 NORMALIZADAS”

Dissertação de Mestrado Apresentada ao Curso de  
Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da  
Universidade Federal de Minas Gerais

Área de concentração: Ciência e Engenharia de Materiais  
Orientador: Prof. PhD. Ronaldo Antônio Neves Marques Barbosa  
Co-orientador: Dr. Odair José dos Santos

Belo Horizonte  
Escola de Engenharia da UFMG

2011

À minha amada esposa Mirian,  
e aos meus queridos pais Firmino e Geralda.

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, o único onisciente, onipresente e onipotente.

A Usiminas, em particular aos gestores Eduardo Cortes Sarmento, Helber Luiz de Oliveira Ribeiro, Gláucio Bórtoli da Cruz Rabelo e João Luiz Barros Antunes, pela oportunidade oferecida de realizar esse trabalho.

A todos os funcionários do Centro de Tecnologia e do Laboratório de Testes Mecânicos da Usiminas, e em especial aos colegas José Carlos Teixeira e Amilar Ramos Soares, pelo comprometimento demonstrado na coordenação dos trabalhos práticos.

Aos engenheiros Ronaldo Antônio Neves Marques Barbosa, Odair José dos Santos, José Antônio de Oliveira Torres e Ricardo Miranda Alé pelas preciosas sugestões e orientações prestadas ao longo da execução do trabalho.

A todos os colegas da Gerência de Controle Integrado do Produto da Usiminas.

## SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 .....	14
INTRODUÇÃO .....	14
CAPÍTULO 2 .....	16
OBJETIVO .....	16
CAPÍTULO 3 .....	17
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	17
3.1 Introdução .....	17
3.2 Efeitos do hidrogênio no aço.....	17
3.3 Trincas induzidas pelo Hidrogênio (HIC - Hydrogen Induced Cracking) .....	24
3.4 Fatores que influenciam a resistência a HIC .....	26
3.4.1 Composição química .....	26
3.4.1.1 Manganês .....	26
3.4.1.2 Cobre .....	28
3.4.1.3 Cromo .....	31
3.4.1.4 Titânio .....	31
3.4.1.5 Enxofre.....	31
3.4.1.6 Fósforo .....	33
3.4.1.7 Outros elementos de liga.....	36
3.4.2 Grau de limpidez .....	37
3.4.3 Microestrutura .....	39
3.4.3.1 Constituintes microestruturais.....	39
3.4.3.2 Bandeamento microestrutural.....	40
3.4.4 Segregação central .....	44
3.4.5 Outros fatores.....	48
3.4.5.1 Potencial de hidrogênio (pH) .....	49
3.4.5.2 Temperatura.....	50
3.4.5.3 Composição da solução .....	51
CAPÍTULO 4 .....	52
METODOLOGIA .....	52
4.1 Introdução .....	52
4.2 Laminação e tratamento térmico .....	52
4.3 Análise metalográfica .....	55
4.3.1. Avaliação do grau de bandeamento microestrutural.....	55

4.4 Propriedades mecânicas em tração .....	57
4.5 Ensaio de dureza.....	57
4.6 Tenacidade à fratura .....	58
4.7 Ensaio de resistência a HIC .....	58
CAPÍTULO 5 .....	63
RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	63
5.1 Processamento do material.....	63
5.1.1 Produção das chapas grossas .....	63
5.2 Caracterizações do material.....	64
5.2.1 Análises metalográficas.....	64
5.2.1.1 Avaliação da limpidez.....	64
5.2.1.2 Avaliação microestrutural .....	68
5.2.1.3 Determinação da fração volumétrica dos constituintes .....	78
5.2.1.4 Avaliação do tamanho de grão ferrítico .....	79
5.2.1.5 Determinação do grau de bandejamento microestrutural .....	80
5.3 Propriedades mecânicas em tração .....	84
5.4 Ensaio de dureza.....	88
5.5 Tenacidade a fratura .....	89
5.6 Susceptibilidade a HIC .....	91
5.6.1 Ensaio de ultrassom C-Scan .....	91
5.6.2 Valores de CLR, CTR e CSR .....	100
CAPÍTULO 6 .....	113
CONCLUSÕES .....	113
CAPÍTULO 7 .....	115
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	115
CAPÍTULO 8 .....	116
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	116
ANEXOS.....	123
9.1 Memórias de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural.....	123
9.2 Memórias de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural.....	133

## Lista de Figuras

- Figura 3.1 - Sítios intersticiais, octaédricos e tetraédricos, ocupados pelo hidrogênio nas estruturas cúbica de corpo centrado e cúbica de faces centradas no ferro, com os respectivos raios dos interstícios ( $r_i$ ) (MIRANDA, 1994, adaptado por OLIVEIRA, 2002).
- Figura 3.2 - Apresentação esquemática da possível distribuição do hidrogênio na rede cristalina dos metais: (a) alocação em interstícios convencionais, devido à solubilidade na rede cristalina; (b) alocação em armadilhas superficiais; (c) alocação em armadilhas sub-superficiais; d) alocação em contornos de grão; e) alocação devido à presença de deslocações; f) alocação em lacunas.
- Figura 3.3 - Representação esquemática de mecanismos de fragilização por hidrogênio.
- Figura 3.4 - Esquema ilustrando o aumento da distância entre os átomos de ferro pela segregação de átomos de hidrogênio em uma deslocação reduzindo a força de ligação entre os átomos de ferro (CARVALHO, 2007).
- Figura 3.5 - Micrografia mostrando trincas em degraus ("*Stepwise Cracking*") com 100 vezes de ampliação e sem ataque químico.
- Figura 3.6 - Representação esquemática do processo de formação das trincas em degraus (IKEDA et al, 1977).
- Figura 3.7 - Efeito do teor de manganês sobre a susceptibilidade a HIC de aços da especificação API 5LX (TAIRA et al, 1981).
- Figura 3.8 - Efeito do cobre na taxa de corrosão ( $\text{mg}/\text{dm}^2/\text{dia}$  ou mdd) de aços ensaiados em solução de água do mar sintética saturada com  $\text{H}_2\text{S}$  (HILL et al, 1982).
- Figura 3.9 - Efeito do cobre sobre o comprimento médio das trincas HIC (HILL et al, 1982).
- Figura 3.10 - Efeito do cobre sobre a extensão transversal das trincas, em aços ensaiados em água do mar sintética saturada em  $\text{H}_2\text{S}$  (MIRANDA et al, 1984).
- Figura 3.11 - Efeito do teor de S e do tratamento com Ca sobre a resistência a HIC em aços da especificação API-5L-X65, ensaiado segundo a NACE-TM-0284 (TAIRA et al, 1981).

- Figura 3.12 - Perfis de distribuição de P e Mn ao longo de áreas segregadas de diferentes placas, uma trincada e outra não (BLONDEAU, R. et al, 1990).
- Figura 3.13 - Influência do teor de P na sua segregação e na de Mn (OHTANI, H.; HASHIMOTO, T.; KOMIZO, Y. et al).
- Figura 3.14 - Comparação entre a segregação de P nas regiões trincadas e não trincadas (BLONDEAU, R. et al, 1990).
- Figura 3.15 - Relação entre *CLR* e o comprimento das inclusões no aço, para diferentes temperaturas de acabamento (RATNAPULI, R. C. et al, 1999).
- Figura 3.16 - Influência do comprimento da projeção dos óxidos globulares alinhados no parâmetro CLR (BLONDEAU, R., 1996).
- Figura 3.17 - Micrografia de um aço comercial normalizado, mostrando o bandeamento microestrutural (MARTIN, 1976).
- Figura 3.18 - Representação esquemática da formação do bandeamento (SANTOS, O. J. et al, 2008)
- Figura 3.19 - Relação entre a temperatura de acabamento e a resistência a *HIC* (BLONDEAU, R., 1996).
- Figura 3.20 - (a) Microestrutura com grau de bandeamento  $\Omega=0,65$  e (b) Microestrutura com grau de bandeamento  $\Omega=0,27$  (ASTM-E-1268, 2007).
- Figura 3.21 - Microestrutura de um aço API com o perfil de distribuição de Mn e P, evidenciando a segregação no centro da espessura (TAIRA, T. et al, 1981).
- Figura 3.22 - Processos para redução da segregação central durante o lingotamento contínuo (RATNAPULI et al, 1993).
- Figura 3.23 - Redução da segregação central através da introdução de pequenas deformações durante o lingotamento contínuo (KAWAWA et al, 1976).
- Figura 3.24 - Influência dos teores de carbono e fósforo na segregação central de placas do lingotamento contínuo (HULKA et al, 1990).
- Figura 3.25 - Influência da relação pH e pressão parcial de  $H_2S$  na severidade corrosiva do meio (LEYER et al, 2005).
- Figura 3.26 - Relação entre os resultados de HIC e a temperatura de ensaio em solução de água do mar sintética saturada em  $H_2S$ .
- Figura 4.1 - Gráfico esquemático mostrando as condições de tratamento térmico das chapas.

- Figura 4.2 - Exemplo de contagem de interceptos para determinação do grau de bandeamento microestrutural pelo método P. Onde  $N_{\perp}=3$  e  $N_{//}=2$  (ASTM E-1268, 2007).
- Figura 4.3 - Esquema de amostragem de chapas de espessura igual a 16 mm para o ensaio de susceptibilidade a HIC, por imersão, segundo a norma NACE-TM-0284 (2003).
- Figura 4.4 - Diagrama esquemático mostrando a montagem típica utilizada para realização do ensaio HIC segundo a norma NACE-TM-0284 (2003).
- Figura 4.5 - Orientação dos corpos de prova no vaso hermético para realização do ensaio HIC segundo a norma NACE-TM-0284 (2003).
- Figura 4.6 - Faces de análise de um corpo de prova segundo a norma NACE-TM-0284 (2003).
- Figura 4.7 - Ilustração de uma seção de avaliação da suscetibilidade a HIC de um corpo de prova, onde se ilustra a mensuração das dimensões das trincas (a) em relação ao comprimento e (b) em relação à espessura. Sendo W a largura e T a espessura do corpo de prova.
- Figura 5.1 - Micrografias de inclusões de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa do aço BMn com ampliação de 200 vezes.
- Figura 5.2 - Micrografias de inclusões de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa do aço MMn com ampliação de 200 vezes.
- Figura 5.3 - Micrografias de inclusões de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa do aço AMn com ampliação de 200 vezes.
- Figura 5.4 - Micrografias obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa representante do aço BMn, com ampliação de 100 vezes.
- Figura 5.5 - Micrografias obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa representante do aço MMn, com ampliação de 100 vezes.
- Figura 5.6 - Micrografias obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa representante do aço AMn, com ampliação de 100 vezes.
- Figura 5.7 - Microestruturas obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas na metade da espessura da chapa representante do aço BMn, com ampliação de 200 e 1000 vezes.

- Figura 5.8 - Microestruturas obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas na metade da espessura da chapa representante do aço MMn, com ampliação de 200 e 1000 vezes.
- Figura 5.9 - Microestruturas obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas na metade da espessura da chapa representante do aço AMn, com ampliação de 200 e 1000 vezes.
- Figura 5.10 - Temperaturas de transformação  $A_{R3}$  em função do tipo de aço.
- Figura 5.11 - Microestrutura obtida com ataque metabissulfido de sódio, de amostra retirada na metade da espessura da chapa representante do aço BMn, com ampliação de 200 vezes.
- Figura 5.12 - Microestrutura obtida com ataque metabissulfido de sódio, de amostra retirada na metade da espessura da chapa representante do aço MMn, com ampliação de 200 vezes.
- Figura 5.13 - Efeito do percentual de carbono no percentual de austenita retida de um aço carbono plano (COHEN, M, 1949).
- Figura 5.14 - Microestrutura obtida com ataque metabissulfido de sódio, de amostra retirada na metade da espessura da chapa representante do aço AMn, com ampliação de 200 vezes.
- Figura 5.15 - Fração volumétrica dos constituintes de cada aço.
- Figura 5.16 - Tamanho de grão ferrítico de cada aço, avaliado conforme ASTM-E112 (2004).
- Figura 5.17 - Diagrama de caixas construído utilizando-se os valores de  $N_{L\perp}$ .
- Figura 5.18 - Diagrama de caixas construído utilizando-se os valores de  $N_{L//}$ .
- Figura 5.19 - Gráfico do grau de bandeamento obtido em função da relação %C/%Mn.
- Figura 5.20 - Limite de escoamento e resistência de cada aço.
- Figura 5.21 - Representação esquemática do tamanho de grão ferrítico e do limite de escoamento de cada um dos aços.
- Figura 5.22 - Representação esquemática do comprimento do patamar de escoamento e do limite de escoamento de cada um dos aços.
- Figura 5.23 - Representação da dureza Vickers com carga de 10gf do constituinte ferrita e do limite de resistência de cada um dos aços.
- Figura 5.24 - Perfil de dureza Vickers com carga de 1Kgf para os aços BMn, MMn e AMn.
- Figura 5.25 - Curvas de transição frágil / dúctil obtida através de ensaios de impacto Charpy para os aços BMn, MMn e AMn.

- Figura 5.26 - Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a  $\frac{1}{2}$  da largura da chapa do aço BMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.
- Figura 5.27 - Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a  $\frac{1}{4}$  da largura da chapa do aço BMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.
- Figura 5.28 - Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a  $\frac{1}{2}$  da largura da chapa do aço MMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.
- Figura 5.29 - Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a  $\frac{1}{4}$  da largura da chapa do aço MMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.
- Figura 5.30 - Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a  $\frac{1}{2}$  da largura da chapa do aço AMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.
- Figura 5.31 - Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a  $\frac{1}{4}$  da largura da chapa do aço AMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.
- Figura 5.32 - Distribuição do hidrogênio contido em corpo de prova padronizado para ensaio de susceptibilidade a HIC, segundo a NACE-TM-0284 (2003), para vários tempos de exposição à solução saturada em H<sub>2</sub>S (LACHMUND, 2000).
- Figura 5.33 - Valores de CLR %, CTR % e CSR % para os corpos de prova amostrados a 1/4 da largura das chapas.
- Figura 5.34 - Valores de CLR %, CTR % e CSR % para os corpos de prova amostrados a 1/2 da largura das chapas.
- Figura 5.35 - Trinca HIC detectada na seção B do corpo de prova 2, do aço MMn, com ampliação de 100 vezes e sem ataque químico.
- Figura 5.36 - Trinca HIC detectada na seção B do corpo de prova 5, do aço MMn, com ampliação de 100 vezes e sem ataque químico.
- Figura 5.37 - Trinca HIC detectada na seção A do corpo de prova 2, do aço AMn, com ampliação de 100 vezes e sem ataque químico.
- Figura 5.38- Trinca HIC detectada na seção B do corpo de prova 4, do aço AMn, com ampliação de 100 vezes e sem ataque químico.

- Figura 5.39 - Trinca HIC detectada na seção B do corpo de prova 5, do aço AMn, com ampliação de 100 vezes e sem ataque químico.
- Figura 5.40 - Trinca HIC detectada na seção B do corpo de prova 2, do aço MMn, com ampliação de 500 vezes e ataque Nital 4%.
- Figura 5.41 - Trinca HIC detectada na seção A do corpo de prova 2, do aço AMn, com ampliação de 500 vezes e ataque Nital 4%.
- Figura 5.42 - Trinca HIC e microestrutura detectada na primeira seção do corpo de prova 2, do aço AMn, com ampliação de 500 vezes e metabissulfito.
- Figura 5.43 - Trinca HIC e microestrutura detectada na segunda seção do corpo de prova 2, do aço MMn, com ampliação de 500 vezes e metabissulfito.
- Figura 5.44 - Microestrutura de dois aços da classe API grau 70 resistentes a HIC produzidos por (a) resfriamento acelerado convencional e (b) submetido ao tratamento térmico após resfriamento acelerado (IKEDA, A., et al, 1977).
- Figura 5.45 - Gráfico do valor de  $\overline{CLR}$  em função do grau de bandeamento dos aços para amostras retiradas a  $\frac{1}{4}$  da largura.
- Figura 5.46 - Gráfico do valor de  $\overline{CLR}$  em função do grau de bandeamento dos aços para amostras retiradas a  $\frac{1}{2}$  da largura.

## Lista de Tabelas

- Tabela IV.1 - Projeto de composição química utilizado para produção das corridas no Centro de Tecnologia da Usiminas.
- Tabela IV.2 - Escala de passes utilizada na laminação convencional a quente.
- Tabela V.1 - Composição química das três corridas produzidas em escala piloto no Centro de Tecnologia da Usiminas.
- Tabela V.2 - Temperaturas de acabamento obtidas para os três aços laminados.
- Tabela V.3 - Classificação e distribuição das inclusões presentes nas amostras segundo a carta padrão I da especificação ASTM-E45 edição 1997.
- Tabela V.4 - Fração volumétrica dos constituintes presentes nas amostras.
- Tabela V.5 - Tamanho de grão ferrítico de amostras de cada um dos três aços.
- Tabela V.6 - Valores médios e desvios padrões do grau de bandeamento avaliado segundo a ASTM-E1268 (2007).
- Tabela V.7 - Relação C/Mn, teores de C e Mn e grau de bandeamento de cada aço.
- Tabela V.8 - Propriedades mecânicas obtidas através do ensaio de tração.
- Tabela V.9 - Amplitude dos patamares de escoamento obtidos nos ensaios de tração.
- Tabela V.10 - Valores de dureza das amostras medidas ao longo de sua espessura.
- Tabela V.11 - Valores de energia absorvidas no ensaio Charpy em função da temperatura de ensaio.
- Tabela V.12 - Resultados dos ensaios por ultrassom C-Scan realizados nos corpos de prova submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.
- Tabela V.13 - Resultados da quantificação das trincas HIC e dos parâmetros CLR, CSR e CTR.
- Tabela X.1 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 1 do aço BMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).
- Tabela X.2 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 2 do aço BMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).
- Tabela X.3 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 3 do aço BMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).

- Tabela X.4 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 1 do aço MMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).
- Tabela X.5 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 2 do aço MMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).
- Tabela X.6 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 3 do aço MMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).
- Tabela X.7 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 1 do aço AMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).
- Tabela X.8 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 2 do aço AMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).
- Tabela X.9 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 3 do aço AMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).
- Tabela X10 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L\perp}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn, MMn e AMn.
- Tabela X11 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L//}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn, MMn e AMn.
- Tabela X12 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L\perp}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn e MMn.
- Tabela X13 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L\perp}}$  (interceptos/mm) referente aos aços MMn e AMn.
- Tabela X14 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L\perp}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn e AMn.
- Tabela X15 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L//}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn e MMn.
- Tabela X16 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L//}}$  (interceptos/mm) referente aos aços MMn e AMn.
- Tabela X17 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L//}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn e AMn.

### Lista de Notações

AI - Índice de anisotropia

API - *American Petroleum Institute*

ASTM - *American Society for Testing and Materials*.

CCC - Cúbica de Corpo Centrado.

CFC - Cúbica de Face Centrada.

CLR - *Crack Length Ratio* (proporção de comprimento das trincas).

CSR - *Crack Sensivity Ratio* (proporção de área das trincas).

CTR - *Crack Thickness Ratio* (proporção de espessura das trincas).

$D_c$  - Coeficiente de difusão do carbono.

$d$  - Distância entre as bandas de ferrita e perlita.

E - Módulo de elasticidade.

HIC - *Hydrogen Induced Cracking* (Trincamento Induzido pelo Hidrogênio).

$L_t$  - Comprimento total da linha.

MA - Microconstituente composto de austenita retida e martensita.

$n$  - Número de campos avaliados.

$N_{\perp}$  - Número de interceptos perpendiculares contados utilizando o método N.

$N_{//}$  - Número de interceptos paralelos contados utilizando o método N.

$\overline{N_{\perp}}$  - Média do número de interceptos perpendiculares contados utilizando o método N, dividida pelo comprimento total da linha.

$\overline{N_{//}}$  - Média do número de interceptos paralelos contados utilizando o método N, dividida pelo comprimento total da linha.

NACE - *National Association of Corrosion Engineers*.

pH - Potencial hidrogeniônico.

SB - Grau de espaçamento entre as bandas de segunda fase.

$\dot{T}$  - Taxa de resfriamento.

$\Delta T$  - Variação de temperatura.

$\gamma$  - Energia superficial.

$\sigma_F$  - Tensão necessária para a propagação de uma trinca.

$\Omega$  - Grau de bandeamento.

## Resumo

No presente trabalho avaliou-se a influência dos teores de C e Mn no grau de bandeamento microestrutural e na resistência a HIC de chapas de aço ASTM-A516 grau 70. Para isso foram produzidas três corridas em escala piloto variando-se os teores desses elementos. Os lingotes obtidos foram laminados a quente e tratados termicamente através do processo de normalização. Realizou-se caracterização dos aços compreendendo análises de limpidez, fração volumétrica dos constituintes, tamanho de grão ferrítico, grau de bandeamento microestrutural e susceptibilidade a HIC e ensaios mecânicos de tração e impacto. Verificou-se que o carbono foi mais efetivo sobre o bandeamento do que o Mn e ainda que o grau de bandeamento aumentou segundo a relação de teores C/Mn. Os aços com os maiores teores de manganês exibiram menores tamanhos de grão ferrítico, devido às menores temperaturas de transformação  $A_{R3}$ , permitindo a obtenção de melhores resultados de tenacidade ao impacto. As trincas observadas após ensaio de susceptibilidade a HIC ocorreram na região do centro da espessura das chapas, região de maior quantidade de “armadilhas” aprisionadoras de hidrogênio. Essas trincas nuclearam-se e propagaram-se entre regiões de microestruturas típicas de baixa temperatura de transformação, contendo martensita e/ou constituintes MA. A resistência a HIC diminuiu com a redução do grau de bandeamento. A diminuição da resistência a HIC foi mais influenciada pelo tipo de constituinte microestrutural presente do que por sua distribuição, enquanto que a redução do grau de bandeamento foi atribuída principalmente à redução do teor de C.

**Abstract**

The present study evaluated the influence of the C and Mn content on the microstructural banding degree and on the HIC resistance on ASTM-A516-70 steel plate. Three heats were produced in pilot scale, varying the contents of Mn and C. The ingots obtained were hot-rolled and then normalized. The steel characterization was carried out through analysis of inclusion content, volume fraction of constituents, ferrite grain size, microstructural banding degree, HIC susceptibility, tensile and Charpy tests. It was verified that C content was more effective than Mn content on microstructural banding degree, and the microstructural banding degree increased according to C/Mn ratio. The steels with higher Mn contents showed lower ferrite grain sizes, due to lower  $A_{R3}$  transformation temperatures, allowing also the achievement of the best results of the notch toughness. The cracks observed after HIC test occurred in the mid thickness of plates, in the region with higher amount of hydrogen "traps", and emerged from the regions containing martensite and / or MA constituents. The HIC resistance decreased as the degree of banding decreased. The decrease of HIC resistance was more influenced by the microstructural constituents present than by its distribution, while the reducing of the microstructural banding degree was attributed mainly to the reduction of C content.

## CAPÍTULO 1

### INTRODUÇÃO

O aumento do preço e da demanda vem se tornando a força motriz para o aquecimento das atividades de exploração e produção de petróleo e seus derivados. Esse fato possibilitou um incremento na prospecção e refino de óleos pesados e agressivos, que no passado não ofereciam retorno financeiro apreciável.

No refino destes óleos pesados, o craqueamento catalítico para obtenção de produtos mais leves é uma das operações mais rentáveis, que eleva consideravelmente o faturamento das refinarias. No entanto, durante esta etapa ocorre a formação de compostos, como o gás sulfídrico ( $H_2S$ ), que em meio aquoso é um dos principais agentes de corrosão na indústria do petróleo.

As fraturas associadas com o  $H_2S$ , em particular, constituem em torno de 25% das falhas que ocorrem em indústrias de refino e prospecção de óleo e gás. Esta forma de falha é constituída de trincas paralelas à superfície da chapa de aço, e é causada pelo acúmulo de hidrogênio molecular, formado a partir de hidrogênio atômico, absorvido nas regiões de inclusões não metálicas e de outras descontinuidades internas. Em razão do seu maior volume o hidrogênio molecular não consegue se difundir no aço, diferentemente do hidrogênio atômico, o que aumenta consideravelmente a pressão interna, resultando em trincas e fraturas. Este tipo de trinca induzida pelo hidrogênio é conhecida como HIC (*Hydrogen Induced Cracking*) e é um dano muito frequentemente observado em aços usados em vasos de pressão e tubulações da indústria petroquímica.

Diante do exposto, percebe-se que o entendimento dos mecanismos envolvidos e o desenvolvimento de materiais com maior resistência a HIC, tornaram-se de fundamental importância para se superar os grandes desafios impostos pelo atual cenário de exploração e refino de petróleo. A motivação para este trabalho foi, inicialmente, alicerçada em estudos anteriores que mostram que os teores dos elementos C, Mn e P são determinantes para a formação do alinhamento microestrutural (bandeamento), sendo este um parâmetro responsável pela redução da resistência a HIC dos aços carbono.

No presente trabalho foram produzidos três lingotes de aço carbono, em escala piloto, segundo a especificação ASTM-A516 grau 70, variando-se os teores de C e Mn. Estes foram laminados a quente, obtendo-se três chapas de 16 mm de espessura. Realizou-se caracterização dos aços compreendendo análises de limpidez, fração volumétrica dos constituintes, tamanho de grão ferrítico, grau de bandeamento microestrutural e susceptibilidade a HIC, conforme a metodologia prevista na norma NACE-TM-0284, e ensaios mecânicos de tração e Charpy.

Verificou-se que o carbono foi mais efetivo sobre o bandeamento do que o Mn e ainda que o grau de bandeamento aumentou segundo a relação de teores C/Mn. Os aços com os maiores teores de manganês exibiram menores tamanhos de grão ferrítico, devido às menores temperaturas de transformação  $A_{R3}$ , esse fato também permitiu que estes obtivessem os melhores resultados de tenacidade ao entalhe. As trincas HIC observadas após ensaio segundo a NACE-TM-0284 ocorreram na região do centro da espessura das chapas, região de maior quantidade de “armadilhas” aprisionadoras de hidrogênio, essas trincas nuclearam-se e propagaram-se entre regiões de microestruturas típicas de baixa temperatura de transformação, contendo martensita e/ou constituintes MA. A resistência a HIC diminuiu com a redução do grau de bandeamento. A diminuição da resistência a HIC foi mais influenciada pelo tipo de constituinte microestrutural presente do que por sua distribuição, enquanto que a redução do grau de bandeamento foi atribuída principalmente à redução do teor de C.

## **CAPÍTULO 2**

### **OBJETIVO**

Estudar o efeito dos teores de carbono e manganês no bandeamento microestrutural e na susceptibilidade ao desenvolvimento de trincas induzidas por hidrogênio (HIC) em chapas de aço destinadas à fabricação de vasos de pressão.

## CAPÍTULO 3

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Introdução

Neste capítulo serão apresentados tópicos considerados relevantes para um melhor entendimento dos objetivos e da metodologia deste trabalho. Para isto, serão abordados inicialmente os efeitos do hidrogênio no aço, em especial o trincamento induzido por hidrogênio (HIC) e os ensaios para avaliação da resistência a HIC. Será dada, também, uma breve descrição dos fatores que influenciam a resistência a HIC.

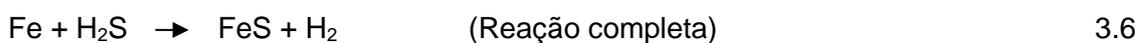
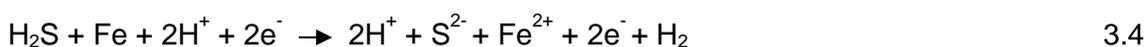
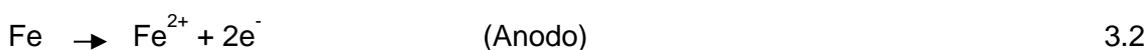
#### 3.2 Efeitos do hidrogênio no aço

O hidrogênio pode ser gerado por meios ácidos, que contenham prótons livres ( $H^+$ ), ou por processos químicos, que conduzam à formação de prótons ou hidrogênio atômico ( $H^0$ ). Estas condições são frequentemente encontradas nas correntes líquidas e gasosas que circulam por uma indústria química ou petroquímica. Como resultado, o hidrogênio atômico, eventualmente formado na superfície do aço, pode penetrar na superfície e ficar retido em discontinuidades, usualmente denominadas como “armadilhas” (MIRANDA, 1987). Dessa forma, o hidrogênio poderá se recombinar, formando moléculas gasosas ( $H_2$ ). Estas, por sua vez, devido ao considerável aumento de volume, geram tensões internas no interior do aço, capazes de promover a formação de trincas.

O ácido sulfídrico se destaca por causar os maiores danos dentre todos os contaminantes presentes em meio aquoso nas reservas de óleo e gás, pois origina os produtos ácidos (“*sour oil / sour gas*”), que atacam tubulações e equipamentos de processo (SILVA, 2007). A severidade destes ataques pode levar à falha dos equipamentos ou a constantes paradas para manutenção. Estima-se que cerca de 25% dos equipamentos em contato com líquidos que contenham  $H_2S$  em sua constituição estejam sujeitos a estes ataques (SILVA, 2007). Assim, a adoção de medidas

preventivas, como utilização de aços resistentes a HIC, desumidificação de gases e revestimento de paredes internas, fazem-se necessárias (MIRANDA, 1987).

O  $H_2S$ , quando dissolvido em água, se torna um ácido forte, o qual é um potente agente corrosivo, capaz de gerar hidrogênio gasoso como produto do processo de corrosão. A corrosão do aço se caracteriza pela oxidação do ferro nas áreas anódicas e pela redução dos íons hidrogênio nas áreas catódicas, em meio aquoso, conforme as seguintes reações (CARNEIRO, 1997):



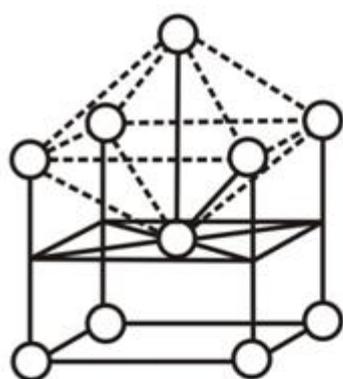
Paralelamente a estas reações, o íon ferroso ( $Fe^{2+}$ ) reage com o íon sulfeto ácido ( $HS^-$ ), levando à formação de filmes de sulfetos ( $Fe_xS_y$ ), cuja existência e composição dependem da concentração do  $H_2S$ . Para  $pH \sim 5,0$ , forma-se um filme de cor preta, fino e aderente, que pode apresentar característica apassivadora conforme a composição do metal. Para valores de  $pH \leq 4,0$ , este filme de sulfeto não é observado (CARNEIRO, 1997).

A presença de  $H_2S$  e  $HS^-$ , por sua vez, inibe a recombinação dos átomos de hidrogênio, pois reduzem a energia de adsorção de hidrogênio na superfície do aço. Este efeito resulta em aumento da concentração de hidrogênio atômico na superfície do aço, favorecendo a difusão deste para o interior do aço, provocando a sua fragilização (TAIRA et al, ROZENFELD, 1981).

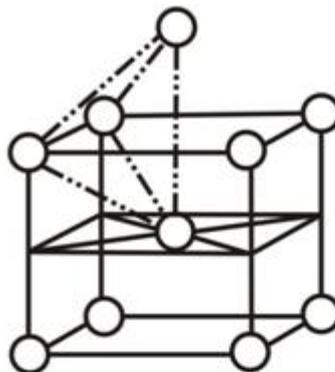
Uma característica notável do hidrogênio, que em grande parte é responsável pelo processo de fragilização, é a sua alta difusividade no aço. Esta característica permite que o hidrogênio penetre na estrutura cristalina do aço. Uma vez no interior do aço, a ação do hidrogênio pode ocorrer sob a forma combinada ou dissolvida na rede cristalina.

Quando combinado, a fragilização é irreversível. Contudo, se o hidrogênio estiver apenas dissolvido na rede cristalina ela pode ser reversível, devido à possibilidade de desidrogenação, via difusão, que pode ser maximizada desde que se submeta o aço a um ciclo térmico com tempo e temperatura adequados (MIRANDA, 1987).

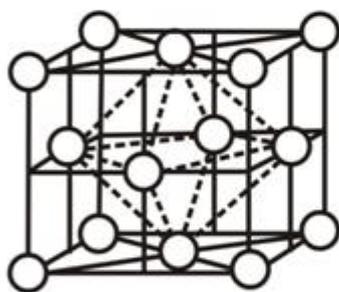
O hidrogênio, na forma atômica, é muito menor do que os átomos metálicos, e assim pode se alojar nos interstícios da rede cristalina. Na ferrita, de estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), os sítios tetraédricos são os locais preferenciais para este alojamento, enquanto na austenita, de estrutura cúbica de face centrada (CFC), a preferência recai sobre os sítios octaédricos. Isso se deve ao fato de estes locais apresentarem maiores raios intersticiais, conforme pode ser visto na figura 3.1. Nota-se, também, que a estrutura cristalina CCC do ferro possui os raios dos interstícios tetraédricos ligeiramente maiores do que os encontrados para a estrutura CFC. Porém, o valor do raio dos interstícios octaédricos da estrutura cristalina CFC do ferro, é bem maior do que o da estrutura CCC. Como resultado a solubilidade do hidrogênio na austenita é maior quando comparada com a ferrita (MIRANDA, 1994). Mesmo sendo este elemento o menor dos intersticiais, com um raio atômico estimado de  $0,53 \text{ \AA}$ , ele causa considerável dilatação da rede. A presença de hidrogênio em metais de estrutura cristalina CFC resulta em uma distorção elástica local da rede de cerca de 4%, muito menor do que os 13% encontrados para os metais que possuem uma estrutura cristalina CCC (ZIELINSKI, 2001).



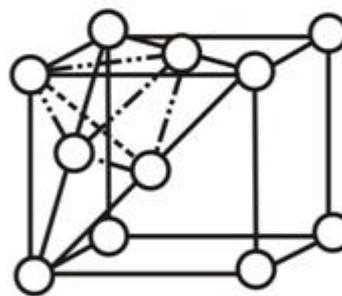
a) cúbica de corpo centrado com sítio octaédrico.  $r_i = 0,14 \text{ \AA}$



a) cúbica de corpo centrado com sítio tetraédrico.  $r_i = 0,29 \text{ \AA}$



c) cúbica de faces centradas com sítio octaédrico.  $r_i = 0,51 \text{ \AA}$



d) cúbica de faces centradas com sítio tetraédrico.  $r_i = 0,28 \text{ \AA}$

Legenda:

-----	Aresta do sítio octaédrico
.....	Aresta do sítio tetraédrico
○	Átomo de Ferro

Figura 3.1 - Sítios intersticiais, octaédricos e tetraédricos, ocupados pelo hidrogênio nas estruturas cúbica de corpo centrado e cúbica de faces centradas no ferro, com os respectivos raios dos interstícios ( $r_i$ ) (MIRANDA, 1994, adaptado por OLIVEIRA, 2002).

Além do hidrogênio presente nos interstícios, uma quantidade expressiva desse elemento encontra-se localizada em interfaces da microestrutura, como aquelas entre partículas de segunda fase e a matriz, contornos de grãos e de macla, como também em defeitos cristalinos, tais como deslocações e defeitos pontuais. A figura 3.2 apresenta esquematicamente os possíveis sítios de alocação de hidrogênio na rede cristalina do aço.

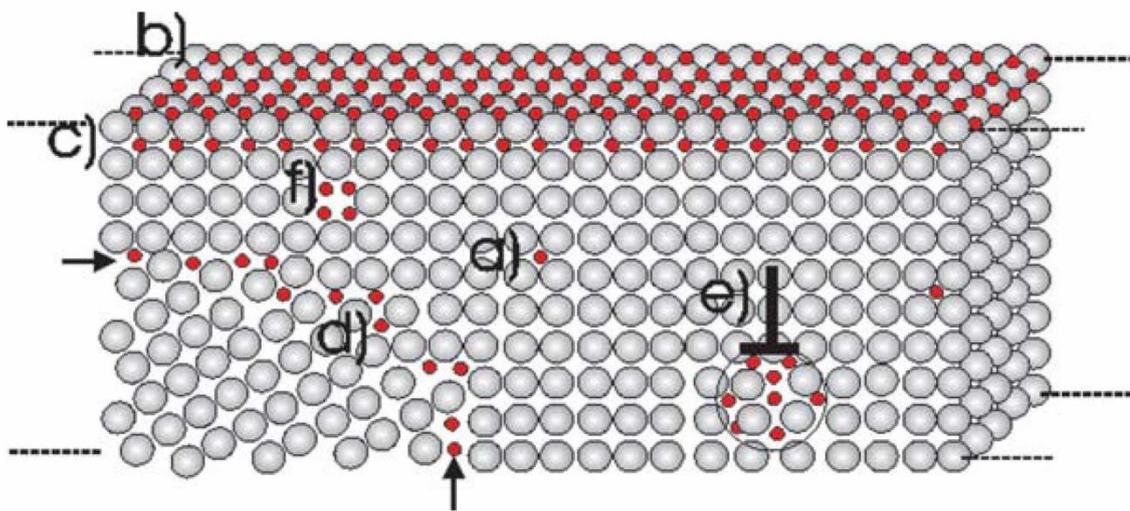


Figura 3.2 - Apresentação esquemática da possível distribuição do hidrogênio na rede cristalina dos metais: (a) alocação em interstícios convencionais, devido à solubilidade na rede cristalina; (b) alocação em armadilhas superficiais; (c) alocação em armadilhas sub-superficiais; (d) alocação em contornos de grão; (e) alocação devido à presença de deslocações; (f) alocação em lacunas (A. PUNDT et al, 2006 ).

A fragilização pelo hidrogênio sugere a existência de defeitos na matriz do aço que atuam como armadilhas para os átomos de hidrogênio. Normalmente, estas armadilhas são provocadas por inclusões, carbonitretos, contornos de grão, e qualquer outro tipo de discontinuidades presente no aço, incluindo todas aquelas vistas na figura 3.2 (CARVALHO, 2007).

A existência de armadilhas é essencial, mas não é condição suficiente para promover o aparecimento de trincas na presença do hidrogênio. Para nuclear e propagar trincas no aço é necessário que o hidrogênio atinja uma concentração crítica no interior dos microvazios. Quando esta concentração é atingida, o somatório de tensões excede o valor da resistência de coesão da matriz, a qual é substancialmente reduzida pela presença do hidrogênio dissolvido na estrutura cristalina do aço (MIRANDA, 1987).

A concentração crítica do hidrogênio, necessária para nuclear e propagar trincas depende do tipo da armadilha e da microestrutura do material. Microestruturas frágeis, como martensita ou bainita, apresentam valores baixos de concentração crítica, e conseqüentemente, baixa resistência à fragilização por hidrogênio (MIRANDA, 1987).

Muitos autores têm realizado revisões sobre os mecanismos de fragilização por hidrogênio e têm mostrado que não existe apenas um mecanismo que explique o fenômeno de degradação causado por este elemento, e que esse processo pode ocorrer de diferentes formas. A seguir serão detalhadas algumas destas:

1. O hidrogênio atômico pode encontrar uma descontinuidade no filme protetor e se difundir através dos contornos grão (Figura 3.3 (a)), até que o mesmo encontre um espaço vazio, ou uma inclusão de sulfeto de Mn, na qual se combine com outro hidrogênio atômico, formando hidrogênio gasoso ou molecular ( $H_2$ ), o qual, devido ao maior volume, não se difunde através do metal, ficando retido neste vazio, causando um aumento considerável de pressão interna (Figura 3.3 (b)), que provocará a nucleação e propagação de trincas (Figura 3.3 (c)) (TROIANO et al,1960).

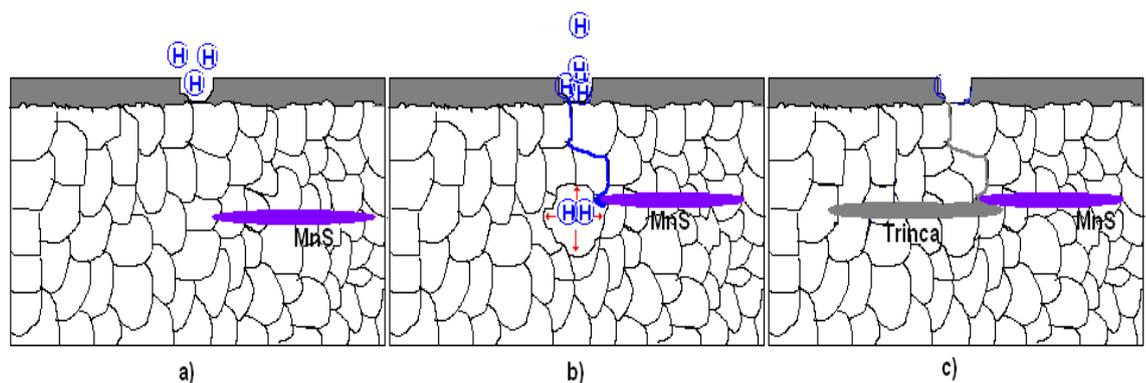


Figura 3.3 - Representação esquemática de mecanismos de fragilização por hidrogênio, segundo TROIANO (1960).

2. A teoria proposta por PETCH e STABLES (1952) propõe que a fragilidade está essencialmente ligada à redução de energia superficial, causada pela adsorção de hidrogênio gasoso nas faces de uma microtrinca pré-existente. Segundo estes autores o hidrogênio tende a se difundir para regiões que apresentam um estado triaxial de tensões, como a extremidade de uma trinca, e a se concentrar na mesma, gerando redução de energia superficial, que acarreta em uma diminuição na tensão de ruptura do material. Essa teoria é conhecida como a Teoria da Redução da Energia Superficial.

A Fórmula de Griffiths [Equação 3.5] correlaciona à tensão necessária para a propagação de uma trinca com a energia superficial ( $\gamma$ ), onde pode ser verificado que a redução da energia superficial leva a uma diminuição da tensão necessária para à propagação de uma trinca ( $\sigma_F$ ) (CARVALHO, 2007).

$$\sigma_F = \left( \frac{2 * E * \gamma}{\pi * C} \right)^{1/2} \quad 3.5$$

Em que E é o módulo de elasticidade e C é o comprimento da trinca.

3. O hidrogênio tende também a se difundir para a região inferior das deslocações em aresta. Com a concentração do hidrogênio nessa região, ocorre um aumento da distância interatômica, ocasionando um enfraquecimento do reticulado, o que favorece a propagação da trinca. A figura 3.4 ilustra o aumento do reticulado, diminuindo as forças de interação dos átomos de ferro nesta região pela segregação de hidrogênio em uma deslocação (CARVALHO, 2007).

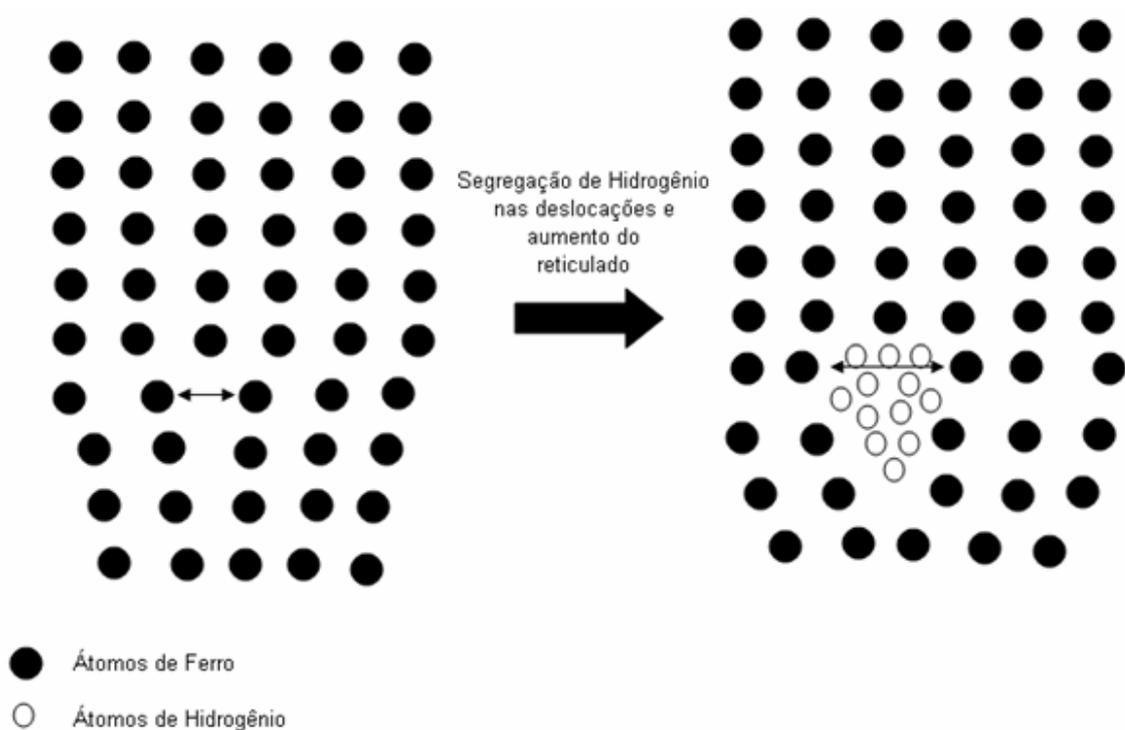


Figura 3.4 - Esquema ilustrando o aumento da distância entre os átomos de ferro pela segregação de átomos de hidrogênio em uma deslocação reduzindo a força de ligação entre os átomos de ferro (CARVALHO, 2007).

### 3.3 Trincas induzidas pelo Hidrogênio (HIC - *Hydrogen Induced Cracking*)

As trincas induzidas por hidrogênio (HIC – “*Hydrogen Induced Cracking*”) podem apresentar dois tipos de morfologias distintas. O primeiro é mostrado na figura 3.5, são as trincas em degraus (“*stepwise cracking*”). Esta morfologia de trinca constitui-se pela associação de várias trincas, que se arranjam em planos paralelos e superpostos, assemelhando-se a degraus. Normalmente, este tipo de trinca apresenta-se com uma orientação paralela à superfície do material (CARNEIRO, 1997).

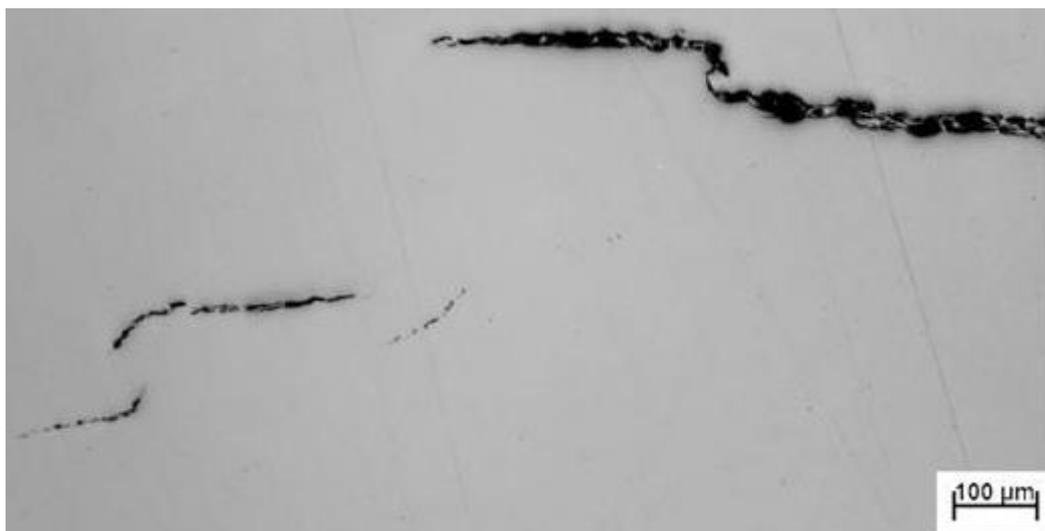


Figura 3.5 - Micrografia mostrando trincas em degraus ("*Stepwise Cracking*") com 100 vezes de ampliação e sem ataque químico.

O segundo tipo de morfologia são as trincas retas ("*Straight Cracking*"). Este tipo de morfologia de trincas está associado a microestruturas de baixa tenacidade, como martensita e bainita não revenidas. No caso de chapas grossas normalizadas, provenientes de lingotamento contínuo, o aparecimento destas microestruturas está associado à faixas segregadas, ao centro da espessura, ricas em C, P e Mn (CARNEIRO, 1997).

IKEDA et al,(1977) propuseram um mecanismo para a formação das trincas em degraus. A figura 3.6 mostra as possibilidades de formação desta morfologia de trincas. Considerando-se o caso A, no estágio I nucleiam-se trincas, na vizinhança de depósitos de hidrogênio em descontinuidades internas (inclusão). No estágio II, estas trincas propagam e se interligam, por se situarem em planos muito próximos. No caso B, criam-se trincas secundárias no campo de tensões de duas trincas principais, a seguir, as trincas crescem e se interligam, através da situação exposta para o caso A. Por último, no caso C, trincas secundárias nucleiam-se na frente de trincas principais, que por sua vez se interligam. A formação das trincas em degraus dar-se-ia pela repetição deste processo.

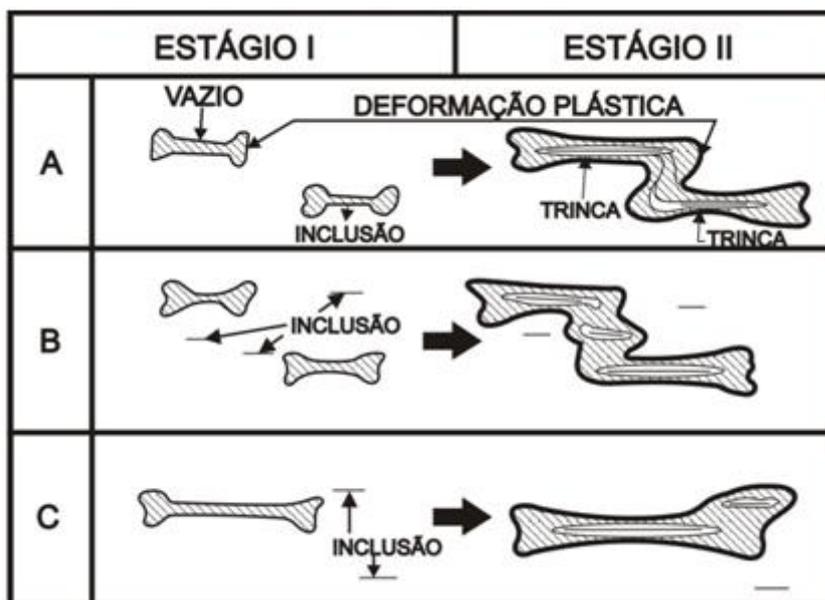


Figura 3.6 - Representação esquemática do processo de formação das trincas em degraus (IKEDA et al,1977).

### 3.4 Fatores que influenciam a resistência a HIC

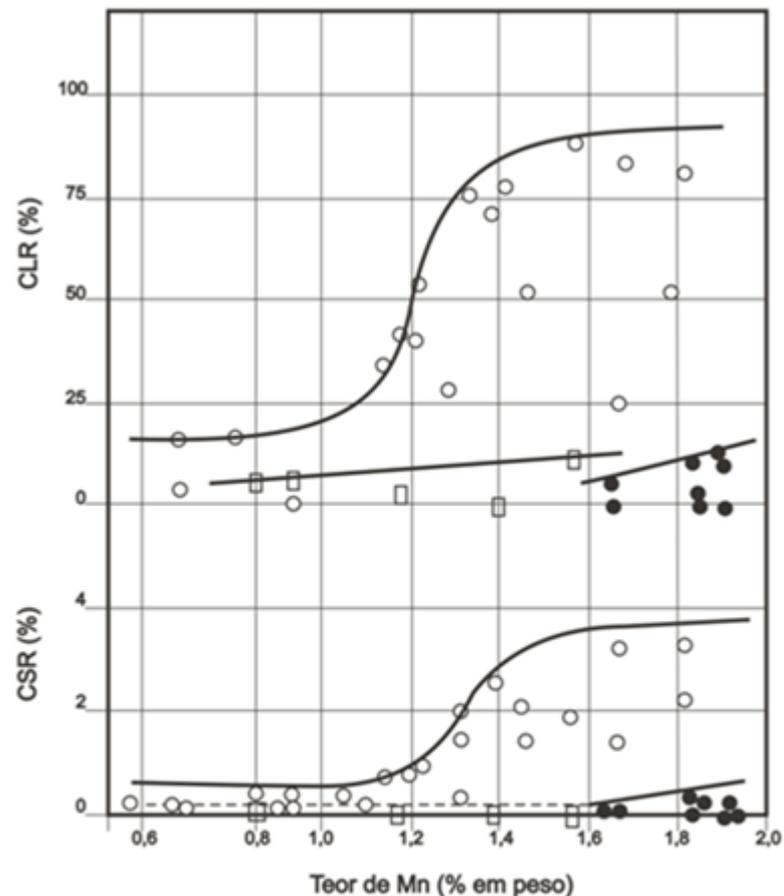
#### 3.4.1 Composição química

A difusão do hidrogênio para o interior do aço está relacionada diretamente com o poder corrosivo da solução aquosa rica em  $H_2S$  e também com a resistência à corrosão do aço neste meio. Assim, quanto maior for a resistência do aço à ação corrosiva do meio, menor será a quantidade de átomos de hidrogênio a difundir para dentro do aço. Neste contexto, a composição química desempenha um papel fundamental. Analisar-se-á a seguir o efeito de alguns elementos de liga sobre as ocorrências de HIC.

##### 3.4.1.1 Manganês

TAIRA et al,(1981) estudaram o efeito da adição de Mn sobre a resistência a HIC de aços da especificação API 5L, graus X42 e X70, onde verifica-se na figura 3.7 que a susceptibilidade a HIC, medida através dos parâmetros CLR, que determina a proporção dos comprimentos das trincas em relação ao comprimento total da face de análise do corpo de prova de ensaio HIC, e CSR, que determina a proporção da área trincada em

relação à área da face de análise desse, aumenta para teores de Mn acima de 1,2%. Esta observação é válida para aços processados através da técnica de laminação controlada e com carbono entre 0,05% e 0,15%. Nesta situação, a microestrutura obtida é fortemente bandeada, e como consequência, fases duras são formadas devido à microsegregação de C, Mn e P nas bandas de perlita da microestrutura. No caso particular de aços temperados e revenidos, observa-se nessa figura que a susceptibilidade a HIC é pouco influenciada pelo teor de Mn até teores da ordem de 1,6%, uma vez que a microestrutura obtida é homogênea e de elevada tenacidade. No caso de aços com  $C \leq 0,02\%$ , adição de até 2,00% de Mn resulta em susceptibilidade similar à dos aços temperados e revenidos, devido à maior homogeneidade da microestrutura ferrítica obtida.



Legenda:

- - Como laminado,  $0,05\% \leq C \leq 0,15\%$ ;
- - Como laminado,  $C \leq 0,02\%$ ;
- - Temperado e revenido.

Figura 3.7- Efeito do teor de manganês sobre a susceptibilidade a HIC de aços da especificação API-5L-X65 (TAIRA et al, 1981).

O conceito de se empregar baixo teor de manganês nos aços carbono resistentes a HIC, produzidos por laminação controlada, é bastante conhecido e preconiza que o teor de manganês não exceda 1,2%. Este conhecimento é aplicado em conjunto com baixos teores de enxofre, usualmente restrito a valores da ordem de 0,002%, e injeção de Ca-Si sob agitação durante a etapa de refino secundário, objetivando-se assim a globulização das inclusões e prevenção da formação de sulfetos alongados de Mn (NAYAK, 2008).

No trabalho de SOJKA (2001), para chapas de aço ASTM A516 grau 70 normalizadas, com teor de enxofre de 0,004% e de manganês de 1,07%, sujeitas a ensaios de resistência a HIC segundo a norma NACE-TM-0284 solução A, o fator decisivo para a ocorrência de HIC foi a microsegregação de alguns elementos, principalmente o Mn, nas bandas de segunda fase. O papel dos sulfetos de manganês foi menos importante, uma vez que as trincas iniciavam e propagavam predominantemente em regiões microsegregadas e dentro das bandas de segunda fase, e não necessariamente iniciavam-se próximas a inclusões de MnS.

#### **3.4.1.2 Cobre**

Vários pesquisadores confirmaram o efeito benéfico da adição de cobre sobre a susceptibilidade dos aços a HIC, quando ensaiados em solução de água do mar sintética saturada com H<sub>2</sub>S. INAGAKI et al,(1978) estudaram o efeito do Cu na resistência dos aços à HIC utilizando técnicas metalográficas e eletroquímicas. Estes autores observaram que adições de Cu acima de 0,20% suprimiam completamente a ocorrência de HIC em testes realizados utilizando-se água do mar sintética. Este fato se deve a formação de um filme superficial contendo Cu, com características protetoras, interferindo na taxa de corrosão, por dificultar a difusão de hidrogênio para o interior do aço. As figuras 3.8 e 3.9 mostram o efeito da adição de cobre na taxa de corrosão e no comprimento médio das trincas HIC.



MIRANDA et al,(1984) também avaliaram o efeito da adição de Cu sobre a susceptibilidade a HIC de dois aços da série API e confirmaram a observação de INAGAKI et al,(1978), ou seja, também observaram a redução da extensão das trincas através da adição de teores de Cu maiores que 0,20%, quando ensaiado em solução de água do mar sintética saturada em H<sub>2</sub>S, conforme pode ser visto na figura 3.10.

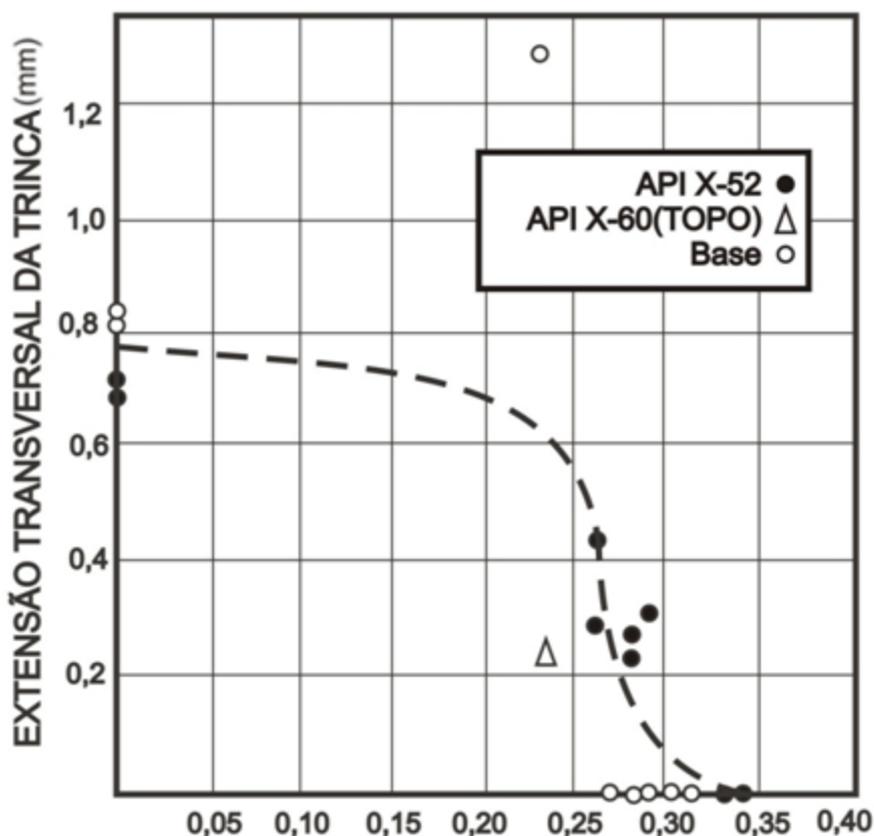


Figura 3.10 - Efeito do cobre sobre a extensão transversal das trincas, em aços ensaiados em água do mar sintética saturada em H<sub>2</sub>S (MIRANDA et al,1984).

INAGAKI et al,(1978) mostraram também que este elemento somente tem um efeito benéfico quando é possível a formação de um filme superficial de sulfeto, com características protetoras. Porém, aços ligados ao cobre não formam filmes protetores em soluções saturadas em H<sub>2</sub>S com valores de pH abaixo de 4,5, como é caso da solução A da norma NACE-TM-0284. Desta forma, o cobre não apresenta qualquer efeito quando o aço é ensaiado em soluções agressivas de pH abaixo de 4,5.

### 3.4.1.3 Cromo

PARRINI et al,(1978) avaliaram a susceptibilidade de tubos de aço, quanto a resistência a HIC, em uma solução de água do mar sintética saturada com  $H_2S$  (pH~5), e verificaram que a adição de 0,30% de Cr aumentava consideravelmente a resistência dos aços ao trincamento induzido por hidrogênio. Igualmente, IINO et al,(1979) verificaram que a adição de 0,60% de Cr tem um efeito pronunciado no abaixamento do teor de hidrogênio absorvido. MIRANDA et al,(1984) verificaram que adições conjuntas de Cu e Cr são altamente eficazes no aumento da resistência a HIC. LIOU et al,(1993) estudaram o efeito de adições conjuntas de cromo e molibdênio e encontraram um complicado efeito sinérgico entre ambos. Segundo estes pesquisadores, o parâmetro  $(Cr/15 + Mo/5)$  mostrou-se o mais adequado para avaliar tal efeito, sendo que a susceptibilidade ao HIC é diminuída para valores desse parâmetro menores que 0,10%.

### 3.4.1.4 Titânio

O efeito do titânio sobre a susceptibilidade a HIC é mencionado por vários autores, como LIOU et al,(1993), TAWEHIRO et al,(1985) e SHIMOGORI et al,(1984). Finas partículas de carbonitretos de Ti ( $Ti(C, N)$ ), com diâmetro menor que 0,1  $\mu m$  e dispersas na matriz, reduzem o coeficiente de difusão do hidrogênio no aço. Estas mesmas partículas suprimem a segregação de hidrogênio nas interfaces matriz/inclusões. Estes dois efeitos aumentam a resistência a HIC do material. Por outro lado, inclusões grosseiras de  $Ti(C, N)$  e  $TiN$  (maiores que 1,0  $\mu m$ ) funcionam como sítios de nucleação de HIC. LIOU et al,(1992) relataram que o titânio tem tendência de coexistir com o  $MnS$ , na forma de  $TiN$  grosseiro, aumentando a susceptibilidade a HIC. Quando a razão  $Ti/N$  é maior do que a estequiométrica (3,42) são formadas partículas de  $TiC$ , as quais são sítios de aprisionamento de hidrogênio e têm a mesma influência do  $TiN$  grosseiro. Desta forma, é importante controlar também o teor de nitrogênio em aços para usos em meios aquosos contendo  $H_2S$ .

### 3.4.1.5 Enxofre

TAIRA et al,(1981) estudaram a susceptibilidade a HIC de vários tipos de aços utilizados na construção de gasodutos, testados segundo a norma NACE-TM-0284. Os autores

verificaram que a dessulfuração do aço era efetiva no aumento da resistência a HIC. Contudo, ainda que os teores de S fossem menores que 0,002%, o fenômeno HIC, ainda assim, não poderia ser completamente evitado, devido a heterogeneidades microestruturais. A figura 3.11 mostra o efeito do enxofre sobre o comprimento médio das trincas, para aços processados por laminação controlada e temperados e revenidos, com ou sem tratamento de Ca.

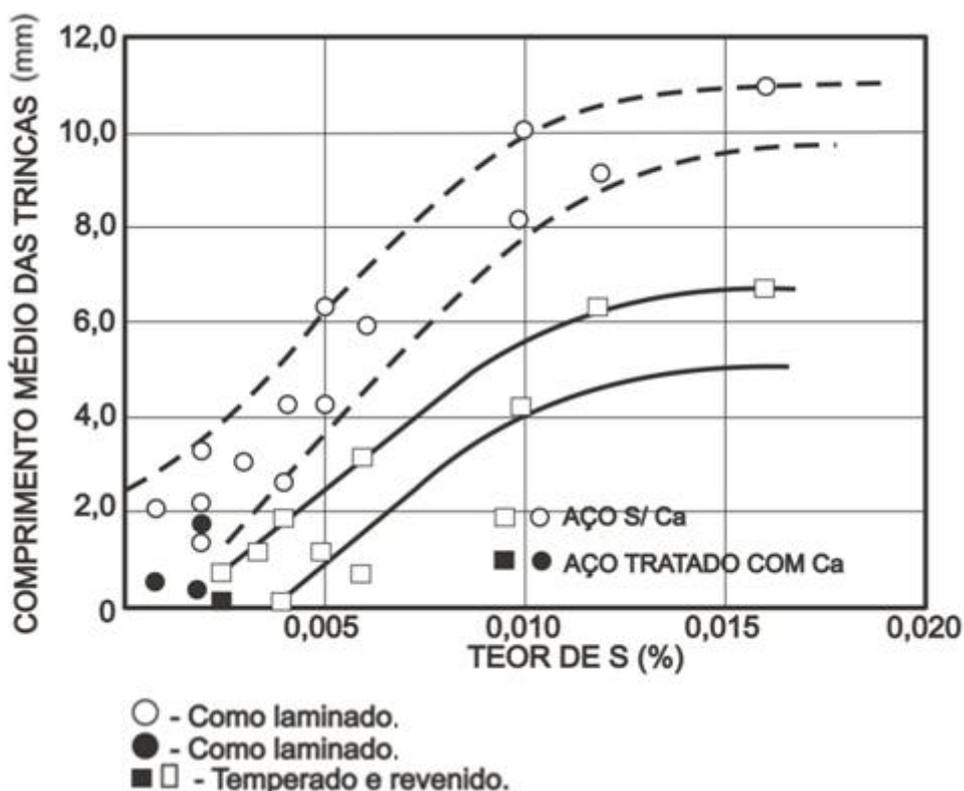


Figura 3.11 - Efeito do teor de S e do tratamento com Ca sobre a resistência a HIC em aços da especificação API-5L-X65, ensaiado segundo a NACE-TM-0284 (TAIRA et al, 1981).

DOMIZZI (2001) também investigou a influência do enxofre contido e da distribuição das inclusões de MnS em chapas de aço para vasos de pressão e tubulações, e sumarizou que a resistência a HIC é correlacionada com as inclusões alongadas de sulfetos e, ainda, que um teor muito baixo de enxofre não é necessário para se alcançar boa resistência a HIC, desde que a microestrutura do aço esteja livre de bandas espessas de perlita, ou seja, que o aço possua baixo bandeamento microestrutural.

### 3.4.1.6 Fósforo

Segundo a literatura (BLONDEAU, R., 1996), P e Mn são elementos que diminuem a resistência a HIC dos aços, por promoverem segregação e também por favorecerem a formação de estruturas bandeadas. A figura 3.12 mostra um perfil de distribuição de P e Mn ao longo de áreas segregadas de duas diferentes chapas, sendo que uma exhibe presença de trinca de HIC. Verifica-se que a principal diferença entre as regiões trincada e não-trincada é, fundamentalmente, a segregação de P.

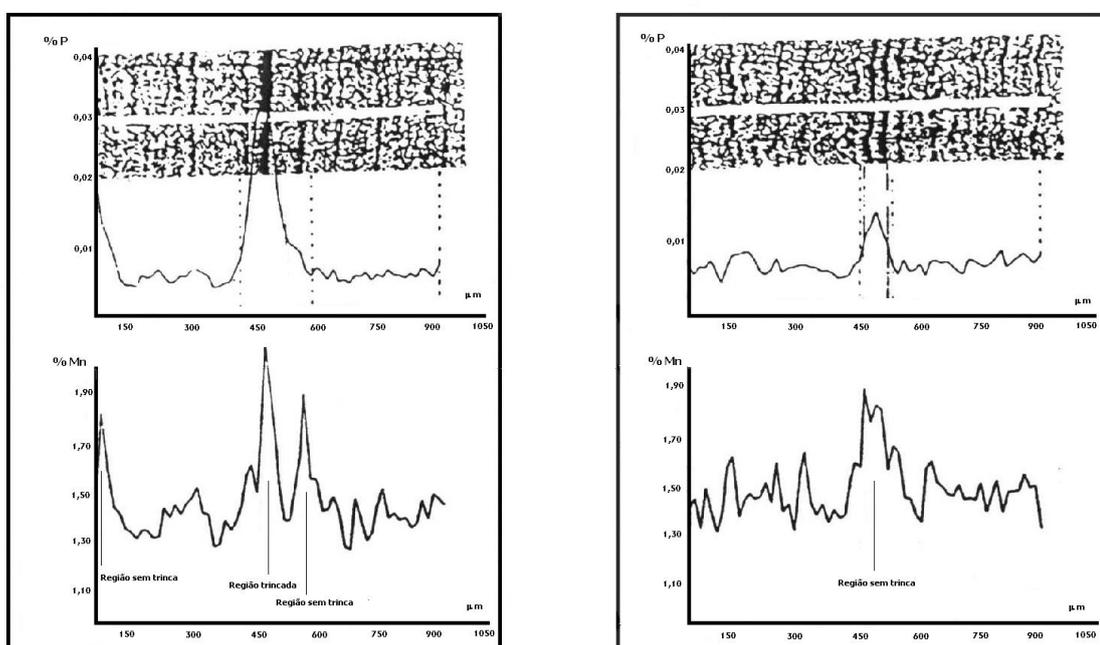


Figura 3.12 - Perfis de distribuição de P e Mn ao longo de áreas segregadas de diferentes placas, uma trincada e outra não (BLONDEAU, R. et al, 1990).

Elevadas concentrações de P, principalmente valores superiores a 0,020%, aumentam de forma mais intensa sua segregação, figura 3.13. Entretanto, esse teor crítico de P depende das quantidades relativas de C e Mn. A segregação de Mn, por sua vez, parece independe do teor de P, sendo influenciada pelo seu próprio teor e o de C (BLONDEAU, R. et al, 1990).

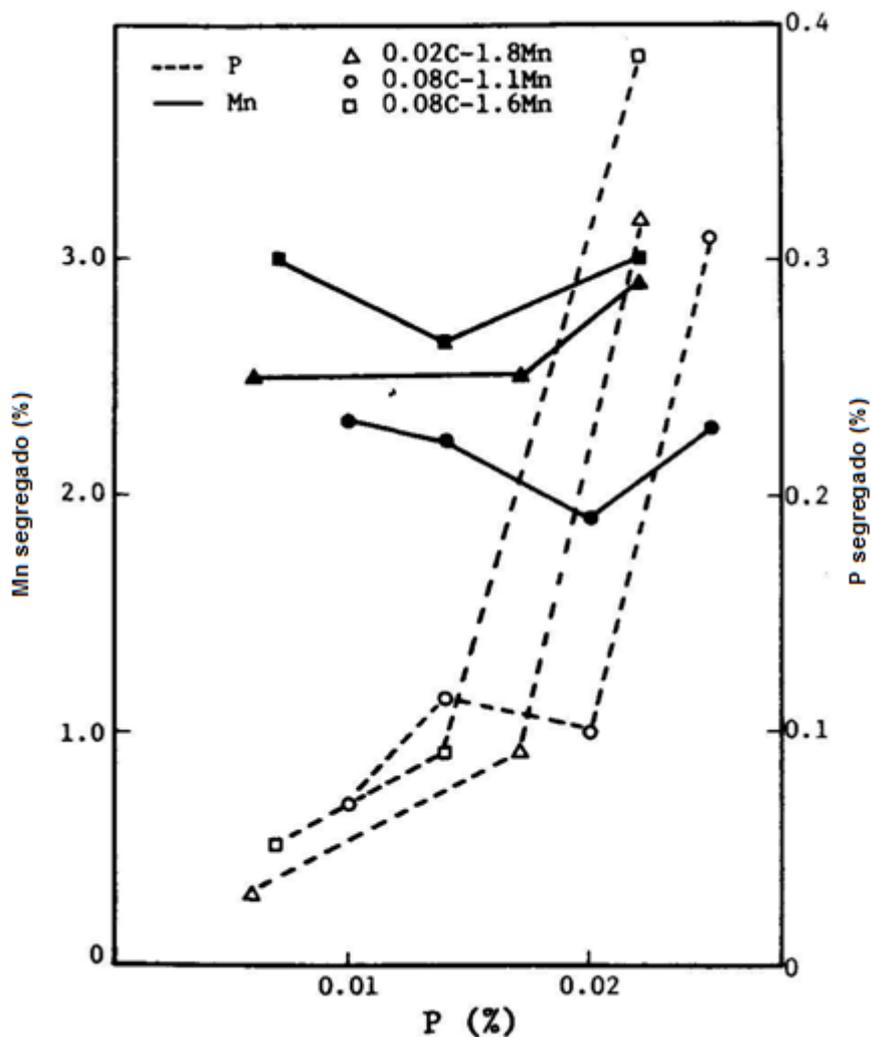


Figura 3.13 - Influência do teor de P na sua segregação e na de Mn (OHTANI, H.; HASHIMOTO, T.; KOMIZO, Y. et al).

Como comprovação do efeito nocivo do P na formação da segregação central e, por conseqüência, na resistência ao trincamento induzido por hidrogênio, a figura 3.14 apresenta valores de segregação desse elemento nas regiões trincadas e não-trincadas de um dado aço, definido pela taxa de segregação.

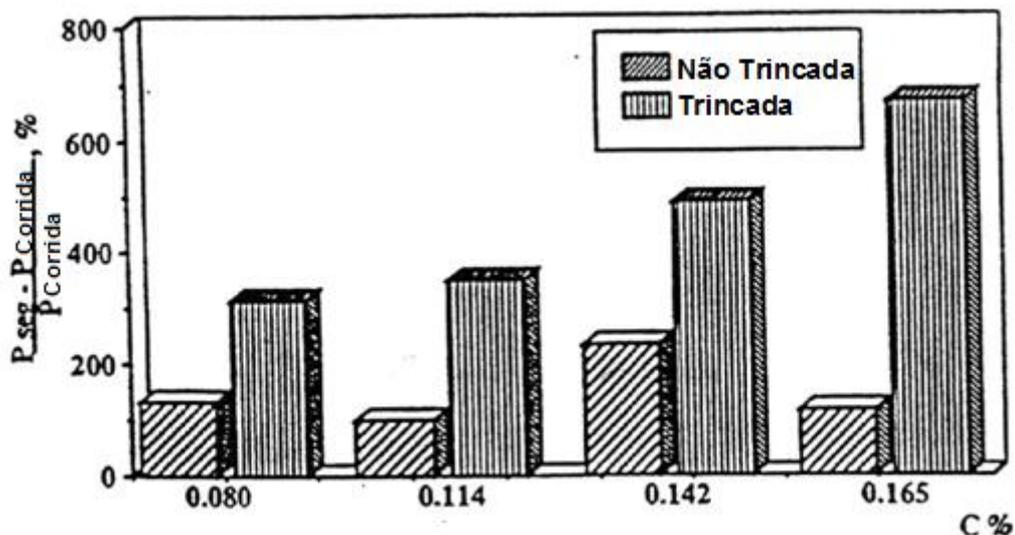


Figura 3.14 - Comparação entre a segregação de P nas regiões trincadas e não trincadas (BLONDEAU, R. et al, 1990).

Para a região trincada, os valores da taxa de segregação de P situaram-se entre 295 e 670%, enquanto que na região não-trincada entre 100 e 230% (em relação ao teor de P na análise de panela).

Também é possível notar que a segregação de P em regiões trincadas aumentava com o teor de C, o que não ocorre para a região não trincada. Isso significa que parece haver uma influência desse elemento na segregação do P.

São ainda encontrados na literatura basicamente três mecanismos que descrevem a influência do fósforo na fragilização por hidrogênio. Na primeira teoria, o P impede a recombinação do hidrogênio atômico em hidrogênio molecular, assim o aumento da concentração do P nos contornos de grão da austenita, anteriormente à têmpera, leva também à concentração de hidrogênio atômico nos mesmos, causando uma maior tendência à formação de trincas intergranulares em aços temperados e revenidos (CARVALHO, 2007).

De acordo com a segunda teoria, o P é um dos elementos residuais que gera um grande aumento de dureza por solução sólida. Logo, sua segregação, principalmente na região do centro da espessura de chapas grossas produzidas via lingotamento contínuo de placas, aumenta de forma significativa a dureza deste local, quando comparada à região

não segregada do aço. Conforme mostrado por MATSUMOTO (1986), essa região segregada com níveis de dureza mais elevados, promove uma menor resistência à propagação de trincas, aumentando a susceptibilidade a HIC da região.

Já na terceira teoria, o fósforo segregado nos contornos de grão da austenita, anteriormente à têmpera, atua como forte agente de decoesão ao longo do contorno de grão, através do aumento do espaçamento interatômico, da mesma forma que o hidrogênio, reduzindo a resistência à propagação de trinca nos aços (CARVALHO, 2007).

#### **3.4.1.7 Outros elementos de liga**

De acordo com TAWEHIRO (1985) a formação de finos precipitados de compostos de boro na matriz do aço reduz o coeficiente de difusão do hidrogênio, melhorando a resistência do aço contra HIC. Precipitados grosseiros de Nb(C, N) podem agir como sítios para a nucleação de HIC, mas adição combinada de Nb e B aumenta a resistência ao HIC.

IINO et al,(1979) relataram que a adição de 0,20% de níquel ao aço reduz a absorção de hidrogênio em meios aquosos ricos em H<sub>2</sub>S. Para NISHIMURA et al,(1977) a adição acima de 0,60% reduz sensivelmente a absorção de hidrogênio.

CARNEIRO (1997) observou que a adição de molibdênio aos aços API foi prejudicial para o desempenho frente ao trincamento induzido por hidrogênio dos aços constituídos de ferrita e perlita. Na ausência de cromo, a adição de molibdênio ao aço diminui a resistência do material ao trincamento induzido por hidrogênio, devido à formação de constituintes martensita/austenita. Em relação ao efeito da adição de outros elementos de liga sobre a resistência de aços a HIC, foi observada escassez de dados na literatura.

### 3.4.2 Grau de limpidez

A resistência dos aços à nucleação e à propagação de trincas é influenciada em larga escala pela presença de inclusões não metálicas. Estas funcionam como sítios de aprisionamento para os átomos de hidrogênio, reduzindo a resistência do aço à nucleação e propagação das trincas. Encontra-se bem estabelecido que a quantidade, o tamanho e a forma das inclusões exercem grande influência no processo de nucleação e propagação das trincas. Inclusões alongadas em uma direção normal ao sentido das tensões principais de laminação são extremamente danosas. A propagação de trincas nesta direção está relacionada ao espaçamento existente entre as inclusões, o qual é dependente do comprimento da inclusão por unidade de área. Desta forma, a plasticidade das inclusões durante a laminação a quente é o fator principal na determinação das propriedades de fratura do aço (CARNEIRO, 1997).

As inclusões de MnS são tidas como sítios preferenciais para a nucleação de HIC. Este fato foi constatado por vários pesquisadores, que de um modo geral encontraram evidências da nucleação de HIC associadas a estes tipos de inclusões (CARNEIRO, 1997) (MIRANDA, 1987).

Uma maneira de se evitar a formação de inclusões alongadas de MnS é realizando-se tratamento de globulização das inclusões, através da adição de Ca, sob agitação, no processo de refino secundário do aço na aciaria. A inclusão então formada deixa de ser do tipo MnS maleável e dúctil e torna-se uma inclusão complexa, não deformável na laminação a quente, permanecendo globular em todos os processos subseqüentes.

Temperaturas de acabamento mais baixas também promovem o aumento do comprimento de inclusões, o que leva à obtenção de valores mais elevados de *CLR* após ensaio de *HIC*, figura 3.15 (RATNAPULI et al, 1999). Quanto menor a temperatura de laminação, maior será a o esforço de laminação necessário para um dado grau de redução. Esse maior esforço, por sua vez, resulta em maior alongamento das inclusões.

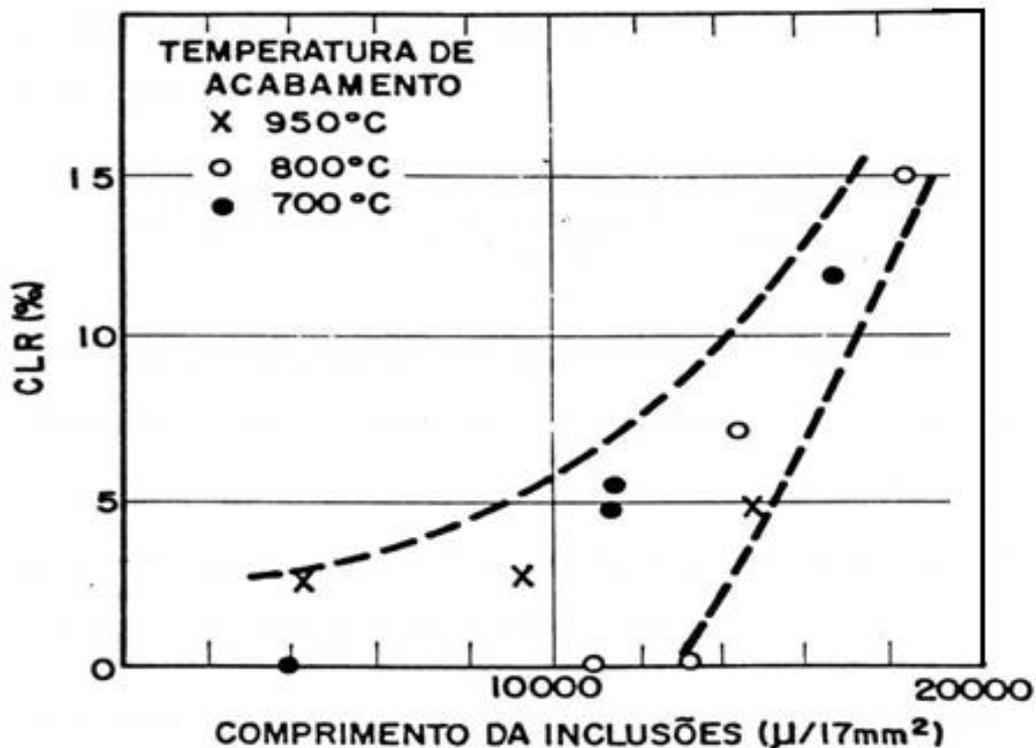


Figura 3.15 - Relação entre *CLR* e o comprimento das inclusões no aço, para diferentes temperaturas de acabamento (RATNAPULI, et al, 1999).

No entanto, BLONDEAU (1996) aponta que não só as inclusões alongadas podem ter efeito deletério sobre a resistência a HIC, mas também o alinhamento de óxidos globulares. Segundo ele, alguns autores sugerem que o teor de O deve ser limitado a, no máximo, 20 ppm, enquanto que a adição de Ca deve ser controlada para evitar a formação de nuvens de oxisulfetos globulares que tornam-se alinhadas em decorrência da laminação e passam a funcionar como armadilhas para o hidrogênio. A influência desses óxidos globulares alinhados no parâmetro CLR pode ser vista na figura 3.16, onde se verifica que quanto maior for o comprimento total da projeção da linha formada por eles, maior é a susceptibilidade ao trincamento por hidrogênio.

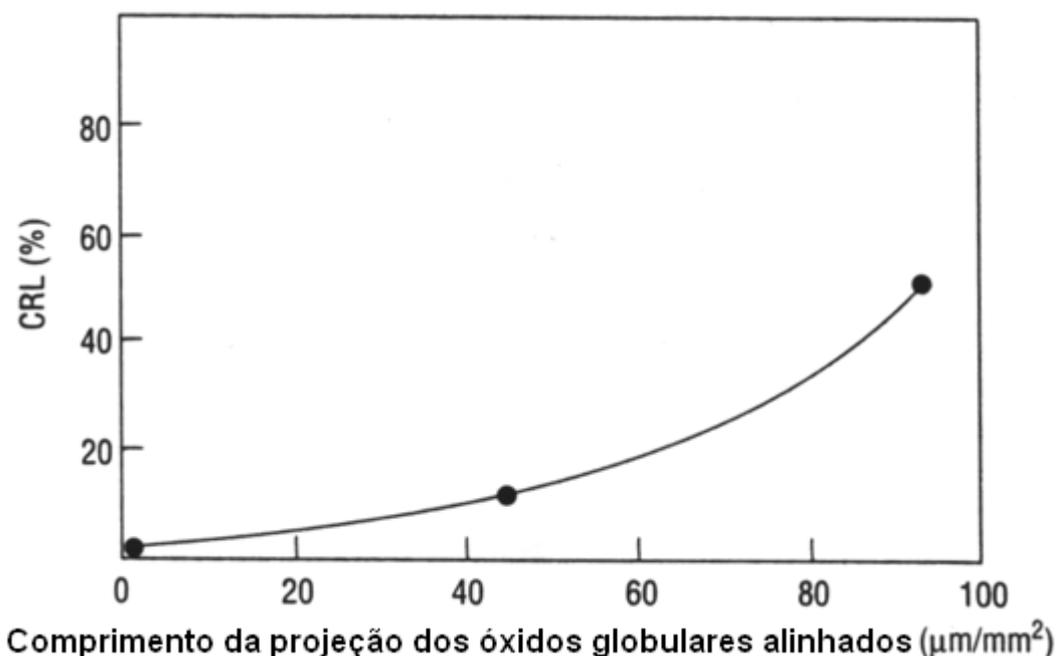


Figura 3.16 - Influência do comprimento da projeção dos óxidos globulares alinhados no parâmetro CLR (BLONDEAU, 1996).

### 3.4.3 Microestrutura

#### 3.4.3.1 Constituintes microestruturais

SNAPE (1968), avaliando a resistência ao trincamento por hidrogênio de aços submetidos a diferentes tratamentos térmicos, observou que a ordem crescente, em termos microestruturais, quanto à resistência a HIC, era dada pela seguinte seqüência: martensita não-revenida, bainita não-revenida, estruturas de normalização (ferrita-perlita bandeada), martensita/bainita revenida e estruturas esferoidizadas. Por essa ordem, as microestruturas menos susceptíveis ao trincamento pelo hidrogênio são aquelas consideradas homogêneas ou que possuem segunda-fase na forma de pequenas partículas esféricas distribuídas uniformemente sobre a matriz.

O efeito do tratamento térmico foi investigado por alguns pesquisadores. CARNEIRO (1997) observou que o tratamento térmico de normalização contribui beneficentemente para o desempenho contra HIC, o motivo desta melhoria é à redução das tensões internas e da quantidade de lacunas e deslocções presentes nos aços como laminados, que funcionam como sítios de aprisionamento de hidrogênio. TAIRA et al,

(1981) observaram que o tratamento de têmpera e revenimento aumentava a resistência a HIC em relação ao aço como laminados. Tal efeito é atribuído à possibilidade do uso de altas temperaturas finais de laminação e à redução das bandas de perlita e microestruturas anômalas, resultando em uma microestrutura menos bandeada.

RUDD et al, (1997) citam que o tratamento de têmpera e revenimento é considerado o mais eficiente para promover aumento da resistência a HIC, em consequência da grande homogeneidade microestrutural da martensita revenida quando comparada às estruturas ferrita-perlita obtidas após a laminação a quente.

O endurecimento da região no centro da espessura das chapas, provocado pela segregação central de elementos como fósforo, manganês e carbono, traz uma considerável redução da resistência a HIC, conforme mostrou MATSUMOTO (1986). A alta temperabilidade desta região pode levar à formação de microestruturas anômalas, que funcionam como sítios preferenciais para a nucleação de trincas, devido a sua menor homogeneidade e tenacidade. Já é bastante conhecido que um aumento da dureza do aço reduz significativamente a resistência a HIC. Valores de dureza iguais a 240 Vickers são recomendados como limite superior para a não ocorrência de HIC (MATSUMOTO, 1986).

#### **3.4.3.2 Bandeamento microestrutural**

O bandeamento microestrutural é definido pela separação de uma fase ou constituintes dando origem a uma microestrutura bifásica ou multifásica.

Devido ao modo de solidificação, obtido via lingotamento contínuo, as placas geralmente possuem certo nível de segregação central, que após laminadas geram chapas grossas que exibem camadas alternadas de ferrita e perlita arranjadas em bandas, conforme pode ser visto na figura 3.17 abaixo:

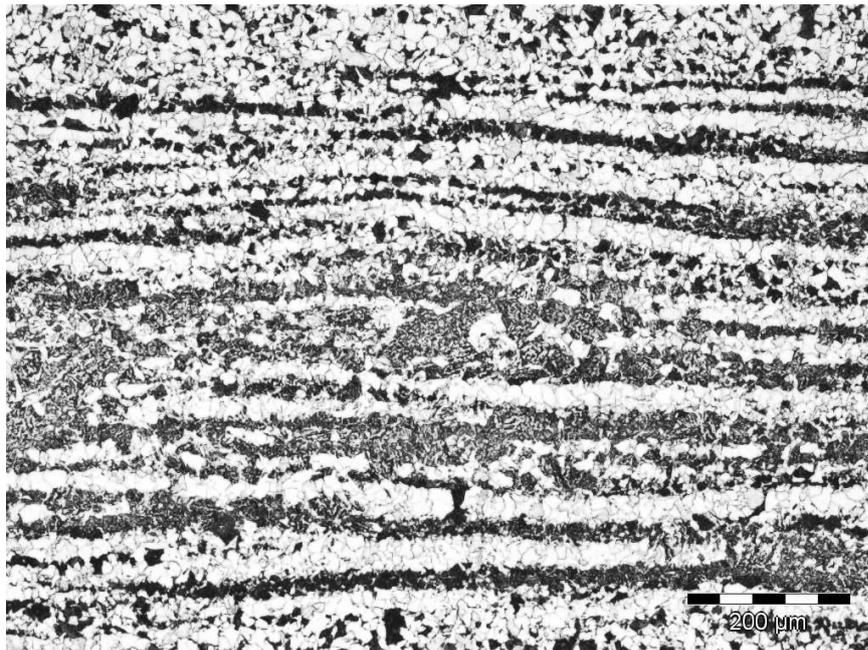


Figura 3.17 - Micrografia de um aço comercial normalizado, mostrando o bandeamento microestrutural (MARTIN, 1976).

O fenômeno de bandeamento nos aços se origina durante a etapa de solidificação da placa, quando elementos que possuem coeficiente de partição menor que um (tais como Mn, P, ou Si) são rejeitados pelas primeiras dendritas de ferrita, resultando em regiões interdendríticas de alta concentração desses elementos, conforme ilustrado na figura 3.18, as quais são mantidas durante a transformação ferrita/austenita. Durante a laminação a quente, essas regiões tornam-se alongadas e orientadas paralelamente à superfície da chapa, propiciando a ocorrência do bandeamento microestrutural após a transformação austenita/ferrita.

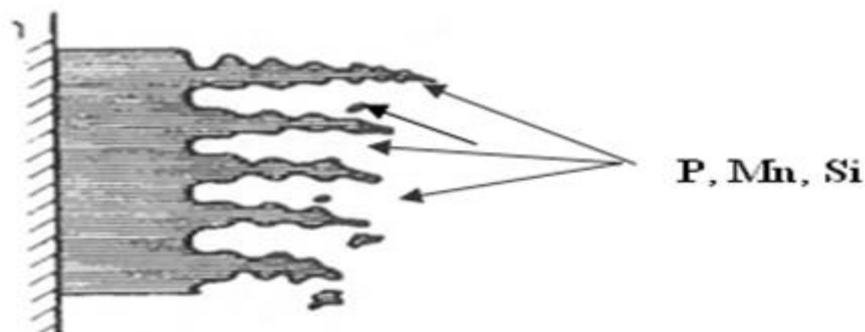


Figura 3.18 - Representação esquemática da formação do bandeamento (SANTOS, O. J. et al, 2008)

No caso do P e do Si, as regiões com altos teores desses elementos tendem a se transformar em ferrita, devido ao caráter repulsivo entre eles e o C, e as regiões remanescentes tornam-se, portanto, enriquecidas em C, transformando-se em perlita. O Mn apresenta um efeito inverso ao do P e do Si. (OFFERMAN et al, 2002). Como descrito por MARTIN (1976) regiões que possuem baixas concentrações de elementos estabilizadores da austenita, tais como o Mn, irão sob baixas taxas de resfriamento, transformar primeiro em ferrita e assim rejeitar o excesso de carbono, para regiões vizinhas ricas em manganês que ainda possuem estrutura austenítica. Mais adiante, o resfriamento concentra o carbono contido nestas regiões ricas em manganês, até que estas atinjam a estrutura perlítica.

A baixa resistência a HIC de aços com microestrutura bandeada está associada a dois fatores: as interfaces ferrita/perlita serem regiões favoráveis à iniciação de trincas e as bandas de perlita, caminhos preferenciais à sua propagação.

O grau de bandeamento também depende da taxa de resfriamento da chapa após laminação e pode ser diminuído com o aumento da velocidade de resfriamento, obtido por meio de resfriamento acelerado, beneficiando a resistência por HIC. Tomando-se a diferença de temperatura de transformação da austenita em ferrita em diferentes regiões como  $\Delta T$ , e a taxa de resfriamento como  $\dot{T}$ , logo o tempo para a difusão do carbono será dado por  $\Delta T/\dot{T}$ . Então, se o espaçamento entre as bandas é  $d$  e o coeficiente de difusão do carbono é dado por  $D_c$ , a condição para o desenvolvimento das bandas de ferrita-perlita é dada por:

$$\dot{T} < \frac{(D_c \times \Delta T)}{d^2} \quad 3.8$$

Quando um material segregado é resfriado tão rápido que a condição da equação acima não é satisfeita, então o bandeamento não será desenvolvido, mas a potencialidade para bandeamento permanecerá e poderá se desenvolver em tratamentos térmicos subsequentes, que apresentem austenitização e resfriamento lento, como é o caso do tratamento térmico de normalização, muito empregado nos aços destinados a fabricação de vasos de pressão, ou até mesmo no reaquecimento da placa para a laminação a quente.

É importante enfatizar que o grau de bandeamento também depende das condições em que é realizada a laminação, sendo maior para aços laminados na região bifásica mais propensos ao trincamento pelo hidrogênio que os processados na região austenítica, conforme se observa na figura 3.19. A laminação na região bifásica ( $\alpha+\gamma$ ) aumenta o número de armadilhas, por elevar a densidade de deslocações, e aumentar o grau de bandeamento (BLONDEAU, R., 1996).

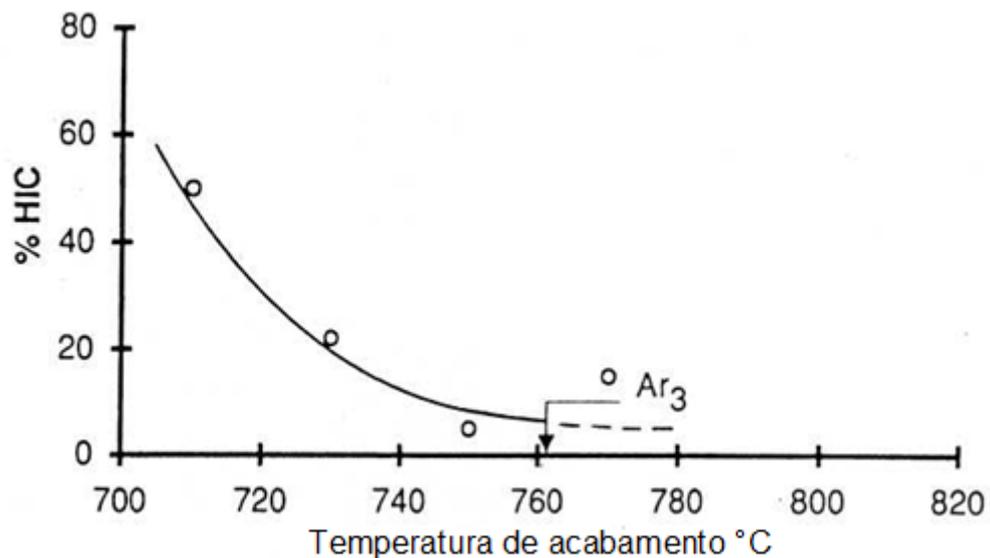


Figura 3.19 - Relação entre a temperatura de acabamento e a resistência a HIC (BLONDEAU, R., 1996).

A norma ASTM-E-1268 (2007) descreve um procedimento que permite mensurar quantitativamente o grau de bandeamento microestrutural de materiais metálicos, aplicando-se um método estereológico sobre a morfologia microestrutural. Nesta norma defini-se o índice ( $\Omega$ ) que varia entre um, para microestruturas muito bandeadas, e zero, para microestruturas totalmente aleatórias. Na figura 3.20 (a) podemos ver uma microestrutura com um grau de bandeamento ( $\Omega$ ) de 0,65 e na figura 3.20 (b) uma microestrutura com grau de bandeamento de 0,27, percebe-se então claramente que o grau de bandeamento aumenta ( $\Omega$ ) com o aumento do alinhamento microestrutural da segunda fase.

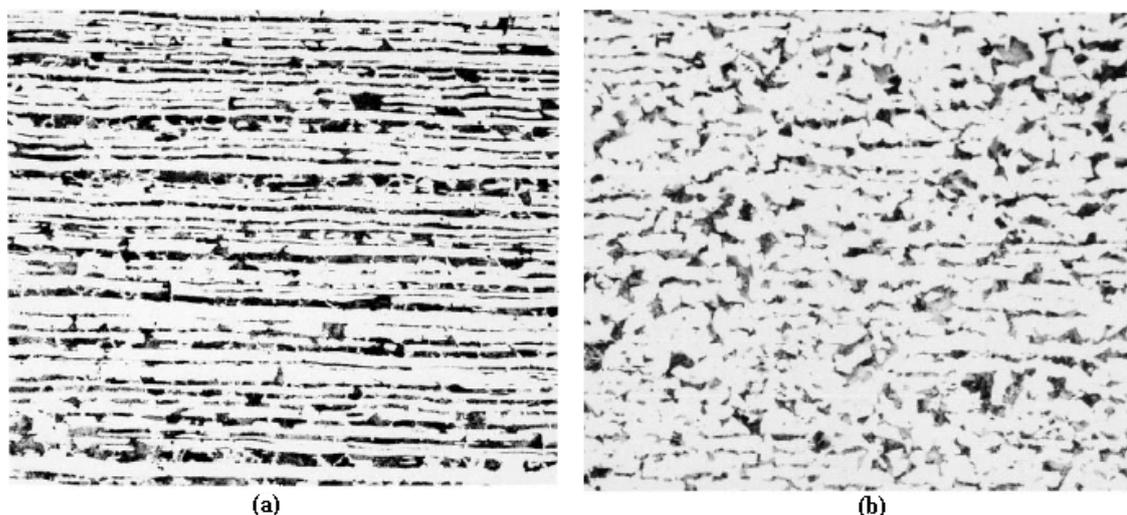


Figura 3.20 - (a) Microestrutura com grau de bandamento  $\Omega=0,65$  e (b) Microestrutura com grau de bandamento  $\Omega=0,27$  (ASTM-E-1268, 2007).

SOZANSKA et al,(2001) estudaram a relação entre as características quantitativas microestruturais e a resistência a HIC de aços destinados a construção de vasos de pressão para refinarias de petróleo. A largura das bandas de perlita e o grau de bandamento foram correlacionados com os resultados dos testes de susceptibilidade a HIC, realizados segundo a norma NACE-TM-0284, e foi possível perceber que a resistência dos aços carbono a HIC pode ser correlacionadas com o grau de bandamento, e que nenhuma correlação significativa foi encontrada entre a resistência a HIC e a largura das bandas de perlita.

A determinação do grau de bandamento, segundo a norma ASTM-E-1268 (2007), é muito freqüentemente especificada como requisito adicional para o fornecimento de chapas grossas destinadas à fabricação de vasos de pressão para trabalho em ambientes ricos em  $H_2S$ . Um exemplo muito comum é o da norma N-1706 da Petrobras que solicita este ensaio para materiais classe C.

#### 3.4.4 Segregação central

Um dos fatores que mais influência a susceptibilidade dos aços a HIC é a segregação de impurezas e de elementos de liga durante a solidificação do material. A segregação de impurezas leva à concentração de inclusões, e a segregação de elementos de liga à formação de heterogeneidades microestruturais.

A segregação central, ou macrosegregação, é inerente em aços produzidos por lingotamento contínuo devido à rejeição de alguns elementos, principalmente C, Mn e P, das primeiras dendritas formadas durante a solidificação, tornando a fase líquida, localizada nas regiões interdendríticas e no centro da espessura, rica nesses elementos (SILVA et al,1997). Assim, a elevada concentração desses elementos na região central da placa, eleva a temperabilidade local, proporcionando a formação de constituintes de baixa temperatura de transformação. As interfaces entre esses constituintes e a ferrita são pontos potenciais para a nucleação de trincas HIC, e esses constituintes, por possuírem baixa tenacidade, favorecem a sua propagação (TAIRA et al,1981).

A figura 3.21 mostra uma microestrutura bandeada com o perfil de distribuição de Mn e P, evidenciando a segregação no centro da espessura de uma chapa.

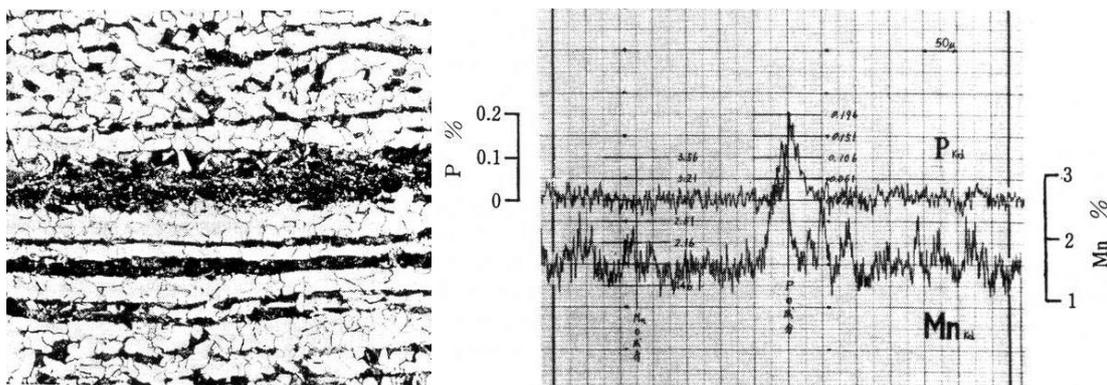


Figura 3.21 - Microestrutura de um aço API com o perfil de distribuição de Mn e P, evidenciando a segregação no centro da espessura (TAIRA et al,1981).

KOWAKA et al,(1975) mostraram que a susceptibilidade de aços comerciais a HIC depende do local de amostragem e que a susceptibilidade aumenta quando os corpos de prova são retirados nas regiões de segregação. WARGA e MOORE (1976) recomendam que sempre que possível a avaliação dos aços quanto à susceptibilidade a HIC deve ser realizada a partir de corpos de prova amostrados na região de segregação, ou seja, no caso de chapas grossas, provenientes de lingotamento contínuo, na região central da largura e da espessura da chapa. IKEDA et al,(1978) também observaram um pior desempenho das regiões segregadas em relação a susceptibilidade a HIC, em vários tipos de aços, ao estudarem o efeito da segregação sobre a susceptibilidade a HIC, avaliando os dois tipos de lingotamento, convencional e o contínuo. Outros pesquisadores, como TAIRA (1980) e MIYOSHI (1981), também

avaliaram vários tipos de aços e composições químicas diferentes, incluindo ambos os processos de lingotamento. Os resultados destes trabalhos mostraram não existir diferença apreciável na resistência a HIC que pudesse ser associada ao tipo de lingotamento.

Uma forma de se reduzir a segregação central de placas, produzidas via lingotamento contínuo, é através do uso da tecnologia “*soft reduction*”, que consiste em máquinas dotadas de rolos seqüenciais de pequeno diâmetro, os quais aplicam pequenas deformações ao material, ou da técnica de deformação controlada plana, ambos ilustrados na figura 3.22. A utilização destas técnicas torna possível a obtenção de placas com segregação central drasticamente reduzida. As estruturas de solidificação na região central de placas lingotadas com máquinas dotadas de sistemas de introdução de pequenas deformações e não dotadas deste sistema podem ser vistas na figura 3.23. A redução da segregação central pode ser claramente observada.

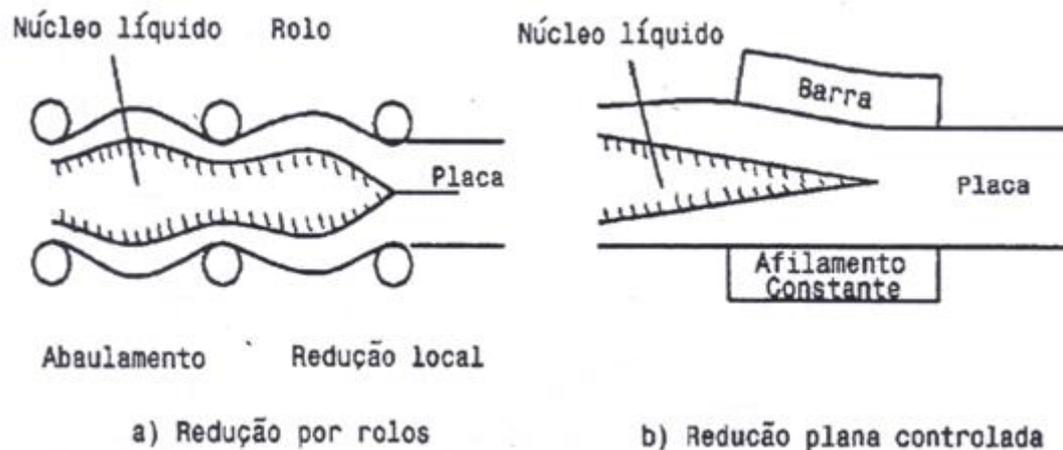


Figura 3.22 - Processos para redução da segregação central durante o lingotamento contínuo (RATNAPULI et al, 1993).



Figura 3.23 - Redução da segregação central através da introdução de pequenas deformações durante o lingotamento contínuo (KAWAWA et al, 1976).

RATNAPULI et al, (1993) mostraram que o teor de fósforo no centro da espessura de chapas de aço API pode ser até 10 vezes maior do que o encontrado na análise de panela. Para o manganês, este valor pode ser de até 1,75 vezes o encontrado na análise de panela.

O carbono exerce uma influência significativa sobre a segregação central do Mn e P, como mostrado na figura 3.24 (HULKA et al, 1990). Esta dificuldade pode ser contornada pela utilização de teores mais baixos de carbono e elementos de liga, aliada ao emprego do processo de laminação controlada seguido de resfriamento acelerado, juntamente com o uso de máquinas de lingotamento contínuo dotadas da tecnologia de “*soft reduction*”, comentada no tópico anterior. A combinação destes fatores pode ser a chave para obtenção de um aço com baixo nível de segregação central, com uniformidade microestrutural e assim de melhor resistência a HIC.

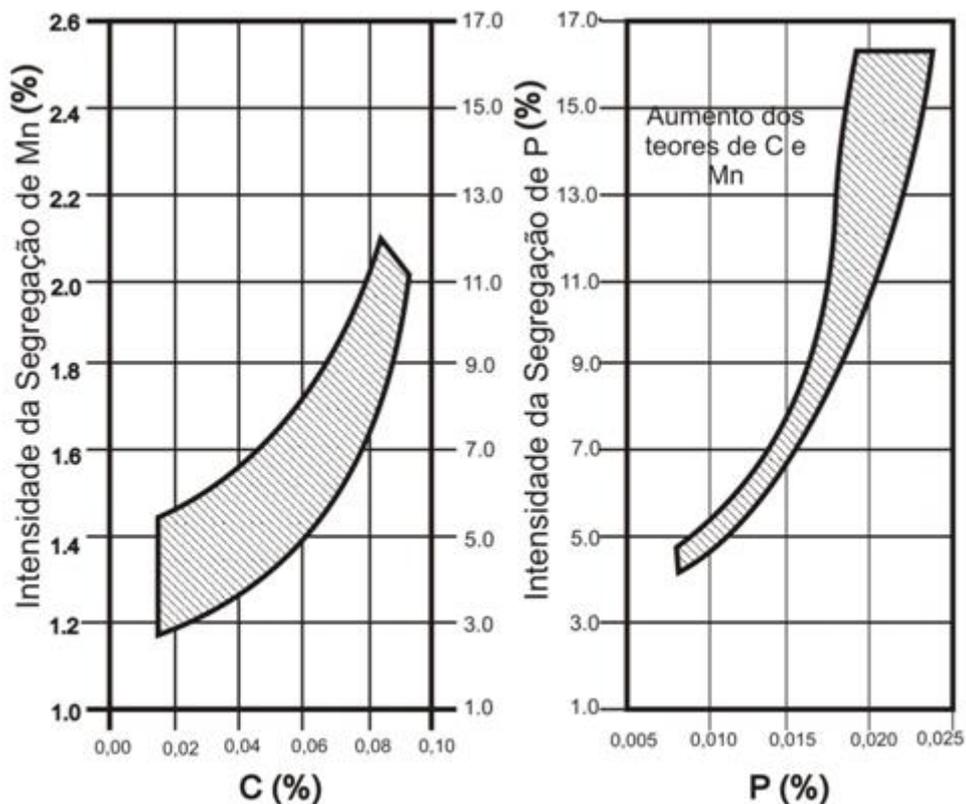


Figura 3.24 - Influência dos teores de carbono e fósforo na segregação central de placas do lingotamento contínuo (HULKA et al, 1990).

### 3.4.5 Outros fatores

A difusão do hidrogênio para o interior do aço, quando este se encontra em contato com o meio corrosivo, esta diretamente relacionada com o poder corrosivo deste meio sobre o aço. Enquanto os parâmetros metalúrgicos afetam a resistência à corrosão do aço, os parâmetros externos, tais como pH, tempo de exposição, temperatura, pressão e concentração de agentes corrosivos atuam sobre a corrosividade do meio.

Discutem-se, a seguir, alguns parâmetros referentes à solução de ensaio e a influência destes sobre a ocorrência de HIC.

### 3.4.5.1 Potencial de hidrogênio (pH)

IKEDA et al,(1979) e KOWAKA et al,(1975) relataram que as taxas de corrosão e absorção de hidrogênio aumentam com a redução do pH, conseqüentemente a susceptibilidade a HIC é também aumentada com a redução deste parâmetro.

LEYER et al,(2005) também mostraram esse efeito quando apresentaram um gráfico da severidade do meio em função do pH da solução e da pressão parcial de H<sub>2</sub>S. Pode-se notar, na figura 3.25, que para uma determinada pressão parcial de H<sub>2</sub>S, a severidade do meio aumenta com a diminuição do pH. Isso ocorre, pois com a diminuição do valor do pH do meio, há um aumento da concentração de íons H<sup>+</sup>, aumentando a formação de átomos de hidrogênio H<sup>0</sup> disponíveis para serem absorvidos pelo aço.

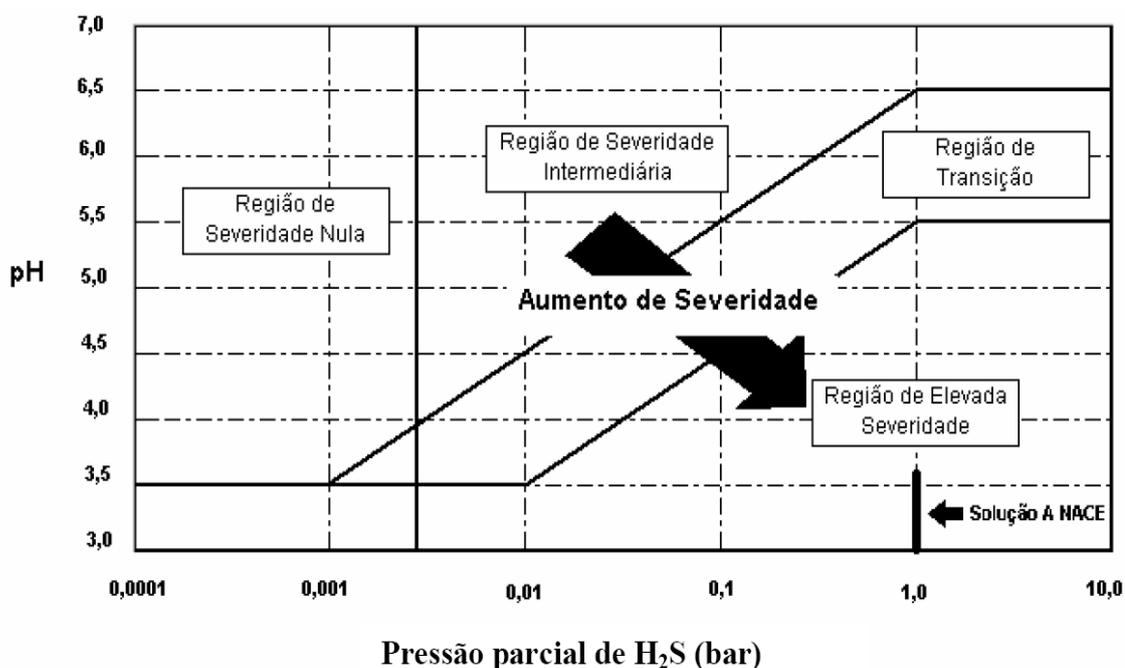


Figura 3.25 - Influência da relação pH e pressão parcial de H<sub>2</sub>S na severidade corrosiva do meio (LEYER et al, 2005).

Observa-se também que para soluções de mesmo pH, porém de ácidos diferentes, aquelas de ácidos com menor constante de dissociação são mais agressivas em termos de HIC. A explicação é que, embora a concentração inicial de íons hidrogênio seja a mesma, os ácidos com menores constantes de dissociação possuem uma maior quantidade de íons hidrogênio não dissociados. Assim, na medida em que os íons hidrogênio são consumidos da solução, novos íons se dissociam, mantendo sempre alta

a concentração deste, e assim o baixo pH da solução. Por outro lado, as soluções com ácidos de elevada constante de dissociação, praticamente todo o hidrogênio se encontra na forma dissociada, sendo assim, na medida em que o hidrogênio dissociado na solução é absorvido pelo aço, o pH da solução aumenta, reduzindo a severidade do meio (LEYER et al, 2005).

### 3.4.5.2 Temperatura

KOWAKA et al,(1975) estudaram o efeito da temperatura, na faixa de 5 a 80 °C, sobre a susceptibilidade de aços API a HIC. Estes autores observaram um máximo de susceptibilidade na faixa de 15 a 35 °C e uma acentuada queda em temperaturas mais elevadas. Este aumento na resistência destes aços a HIC foi atribuído ao decréscimo na concentração de H<sub>2</sub>S na solução, com o aumento da temperatura. Resultados similares foram obtidos por NAKASUGI et al,(1979) em ensaio utilizando solução a base de água do mar sintética saturada em H<sub>2</sub>S e estão apresentados na figura 3.26.

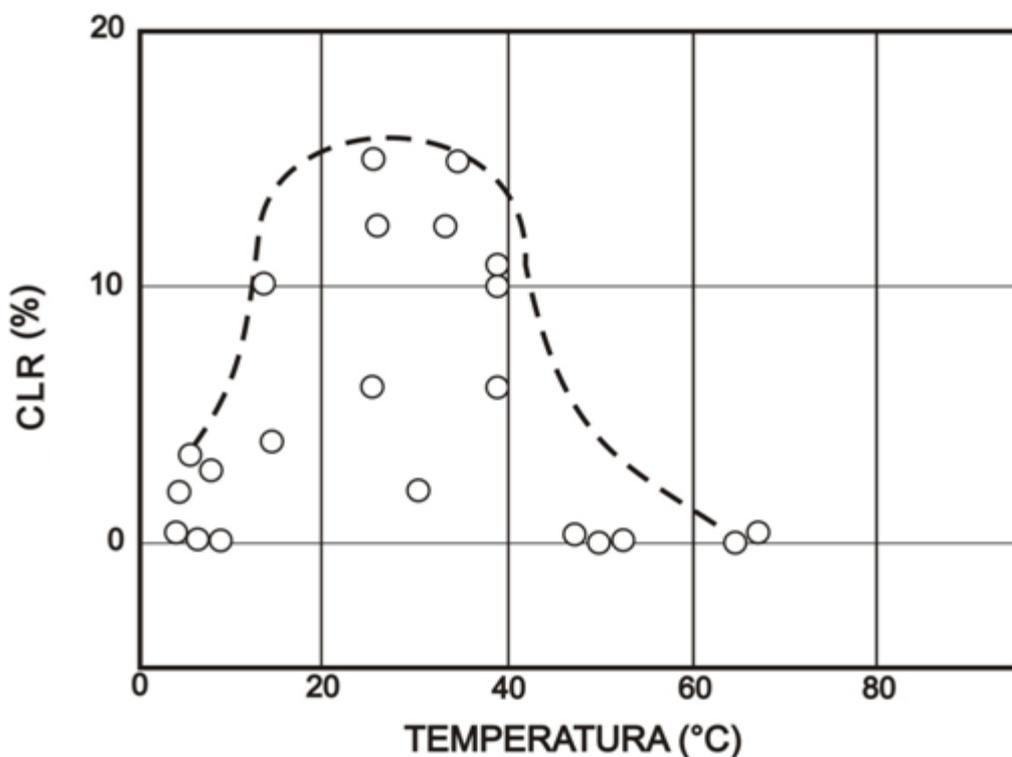


Figura 3.26 - Relação entre os resultados de HIC e a temperatura de ensaio em solução de água do mar sintética saturada em H<sub>2</sub>S.

De acordo com KIMURA et al,(1988), a taxa de permeabilidade de hidrogênio no aço é influenciada pela temperatura, quando avaliada através de ensaios em solução a base de água do mar sintética saturada em  $H_2S$ . A 25 °C, a taxa máxima obtida foi praticamente igual à taxa do estado estacionário. Com o aumento da temperatura, a taxa de permeabilidade no estado estacionário reduziu-se acentuadamente. A 80 °C, tanto a taxa de permeabilidade máxima, quanto à taxa do estado estacionário, foram inferiores às taxas obtidas em temperaturas mais baixas, Segundo estes autores, temperaturas próximas à ambiente são mais agressivas em relação à susceptibilidade a HIC do que temperaturas mais elevadas.

#### **3.4.5.3 Composição da solução**

KIMURA et al, (1988) avaliaram o efeito da pressão parcial de  $H_2S$  e de  $CO_2$  sobre a taxa de permeabilidade de hidrogênio, em soluções equivalentes a A e B da NACE-TM-0284. Segundo estes autores, a taxa máxima e a taxa no estado estacionário são influenciadas por diferentes combinações de pressão parcial destes gases. A taxa de permeabilidade no estado estacionário foi menor em solução B do que em solução A, refletindo a maior agressividade desta última solução. Além disso, os valores máximos de permeabilidade, para cada solução, foram obtidos em diferentes faixas de pressão parcial de  $H_2S$ . Os autores explicam tal fato pela diferença na composição química e no pH desta soluções.

IKEDA et al,(1977) avaliaram o efeito da concentração de  $H_2S$  sobre a susceptibilidade de aços API a HIC em solução B. Soluções contendo até 100 ppm de  $H_2S$  não provocaram trincamento em nenhum dos aços, enquanto soluções contendo  $H_2S$  acima de 3000 ppm provocaram trincamento em todos os aços. Apenas um dos aços trincou para soluções contendo até 1000 ppm de  $H_2S$ .

NAKASUGI et al,(1979), utilizando aços API imersos em solução B, em temperaturas na faixa de 45 a 60 °C, somente observaram trincamento quando a pressão parcial de  $H_2S$  era maior do que 0,1 atm.

## **CAPÍTULO 4**

### **METODOLOGIA**

#### **4.1 Introdução**

Este trabalho envolveu, em sua parte experimental, uma série de ensaios e testes buscando-se avaliar a efetividade do carbono e do manganês no bandeamento microestrutural e na susceptibilidade ao desenvolvimento de HIC em chapas grossas, oriundas de três corridas produzidas em escala piloto. Envolveu, também, a caracterização dos materiais, onde foram avaliadas as microestruturas, propriedades mecânicas em tração e dureza, medição do grau de bandeamento microestrutural e da resistência a HIC. Para isto, corpos de prova foram retirados das chapas laminadas, após o tratamento térmico de normalização. O procedimento experimental consistiu de cinco etapas, a saber:

- i. Produção de três corridas em escala piloto, laminação a quente e tratamento térmico de normalização;
- ii. Execução das análises metalográficas;
- iii. Execução de ensaios de tração, dureza e Charpy;
- iv. Execução de ensaios de bandeamento microestrutural
- v. Execução de ensaios de resistência a HIC;

#### **4.2 Laminação e tratamento térmico**

No desenvolvimento deste estudo foram utilizados aços da especificação ASTM A516 grau 70 (2006) produzidos em escala piloto, em forno de fusão a vácuo, solidificados em lingoteiras de 58 kg, laminados a quente e submetidos ao tratamento térmico de normalização.

Três corridas foram produzidas, variando-se o teor de manganês na faixa de 0,90 a 1,51 %. Variou-se o teor de C a fim de garantir que as propriedades mecânicas obtidas se enquadrassem às especificadas pela norma ASTM A516 para o grau 70.

Para simplificar a identificação das corridas no decorrer do texto, será utilizada a notação BMn para se referir ao aço de baixo teor de Mn, MMn para se referir ao aço de médio teor de Mn e AMn para se referir ao aço de alto teor de Mn.

Os projetos de liga completos podem ser vistos na tabela IV.1.

Tabela IV.1 - Projetos de composição química utilizado para produção das corridas no Centro de Tecnologia da Usiminas.

Corrida \ %(*)	C	Mn	P	S	Si	Cu	Ni	Cr	Nb	Ti	Al	Ca	N
<b>BMn</b>	0,15 ~ 0,17	0,85 ~ 0,95											
<b>MMn</b>	0,13 ~ 0,15	1,15 ~ 1,25	≤ 0,020	≤ 0,002	0,20 ~ 0,30	0,25 ~ 0,35	0,20 ~ 0,30	0,20 ~ 0,30	0,015 ~ 0,025	0,008 ~ 0,015	0,020 ~ 0,050	0,0010 ~ 0,0040	≤ 0,0060
<b>AMn</b>	0,11 ~ 0,13	1,45 ~ 1,55											

(\*) Especificação em acordo com a ASTM-A516-70 considerando-se análise química realizada em amostras retiradas do produto final.

Foram gerados três lingotes, estes foram reaquecidos a 1220°C por aproximadamente 180 minutos e laminados a quente até a espessura de 16 mm. A temperatura de acabamento visada foi de 900°C. A escala de passes utilizada na laminação a quente pode ser vista na tabela IV.2.

Tabela IV.2 - Escala de passes utilizada na laminação convencional a quente.

Passe	Espessura (mm)	Redução por passe (%)
0	135	0
1	130	3,7
2	122	6,2
3	115	5,7
4	103	10,4
5	94	8,7
6	83	11,7
7	74	10,8
8	67	9,5
9	63	6,0
10	56	11,1
11	50	10,7
12	44	12,0
13	37	15,9
14	32	13,5
15	28	12,5
16	22	21,4
17	20	9,1
18	16	20,0

Posteriormente, as chapas obtidas foram submetidas a um tratamento térmico de normalização. Esse tratamento consistiu em aquecimento das chapas a uma taxa de 250°C/hora, da temperatura ambiente até 910°C. Atingido 910°C, as chapas foram mantidas nessa temperatura por 20 minutos e em seguida resfriadas ao ar calmo. A figura 4.1 mostra esquematicamente as condições de tratamento térmico das chapas.

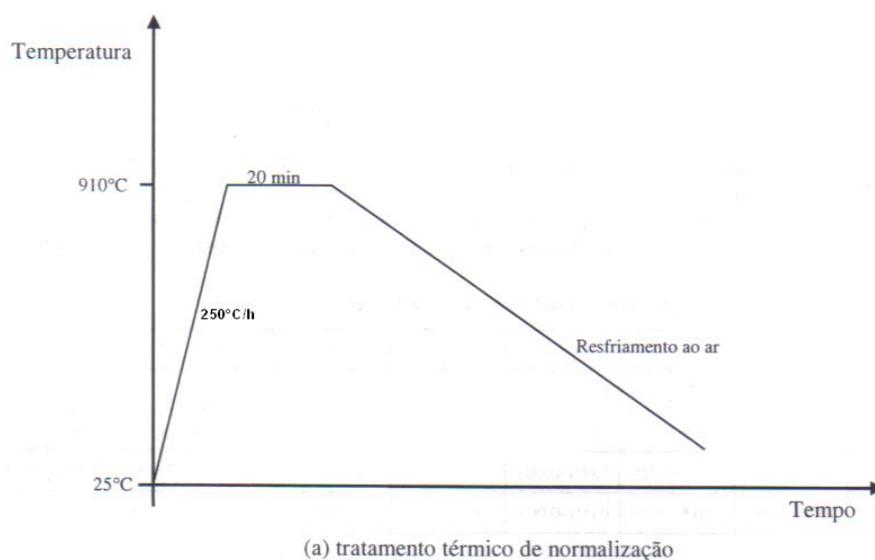


Figura 4.1 - Gráfico esquemático mostrando as condições de tratamento térmico das chapas.

### 4.3 Análise metalográfica

As análises metalográficas foram realizadas por microscopia óptica, em seções longitudinais à direção de laminação, ao longo da espessura das chapas. Através dessas foram avaliadas as seguintes características:

- Limpidez dos aços, através da determinação do tipo, classificação e distribuição das inclusões nas amostras, conforme prática especificada na ASTM-E45 (2005).
- Tamanho de grão ferrítico, conforme prática especificada na ASTM-E112 (2004).
- Fração volumétrica dos constituintes microestruturais presentes.
- Grau de bandeamento microestrutural, conforme ASTM-E1268 (2007).

#### 4.3.1. Avaliação do grau de bandeamento microestrutural

O grau de bandeamento ( $\Omega$ ), ou alinhamento microestrutural, foi determinado segundo a norma ASTM-E1268 (2007), em amostras retiradas paralelamente a direção de laminação, onde foi possível visualizar toda a espessura da chapa. Esta amostragem

ocorreu no produto final após a execução do tratamento térmico de normalização e em triplicata.

As amostras foram analisadas em um microscópio óptico, dotado de sistema de análise e captura de imagens, onde a direção de deformação destas foi alinhada horizontalmente a tela do equipamento, em uma ampliação de 100 vezes, e um *grid* foi sobreposto ao campo inicial aleatoriamente escolhido.

Utilizou-se o método de contagem N, onde grau de bandeamento foi determinado através da contagem do número de microconstituintes do tipo perlita, interceptados pelas linhas do *grid*. Na figura 4.2 exemplifica-se como esta contagem se deu, percebe-se que pelo método N contou-se um para cada vez que a linha de grade atravessou completamente o microconstituente e meio para aqueles que a linha de grade o atravessou parcialmente. Esta contagem foi realizada sobre as linhas paralelas e transversais do *grid*, sendo utilizada a notação  $N_{\perp}$  para contagem realizada pelo método N no sentido transversal ao sentido de deformação e  $N_{\parallel}$  para contagem pelo método N no sentido paralelo ao sentido de deformação. A contagem descrita até aqui foi realizada em mais 9 campos aleatórios cobrindo toda a espessura do corpo de prova.

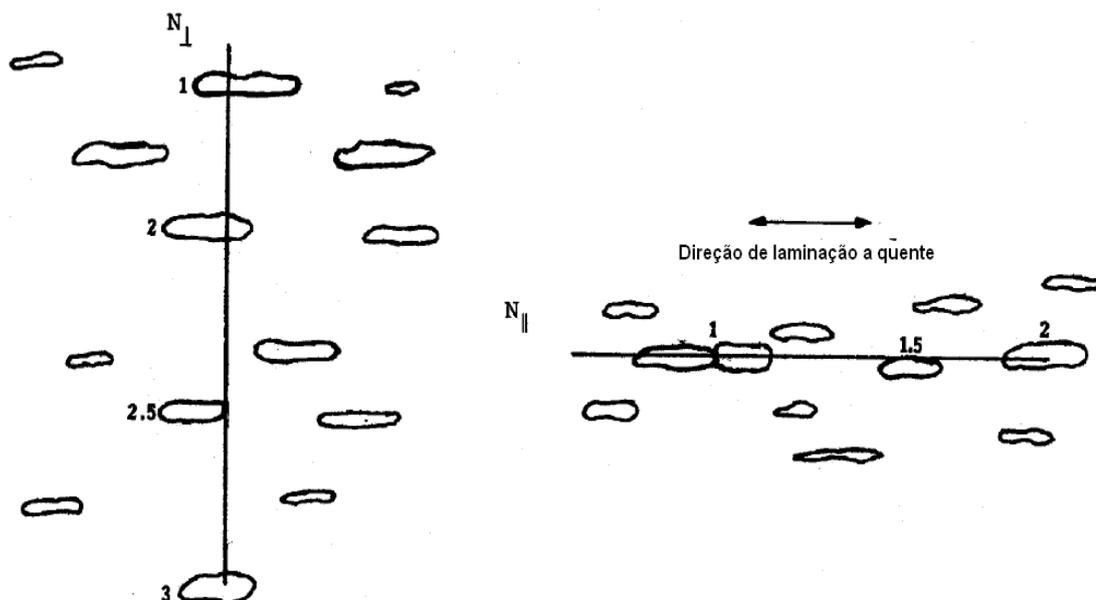


Figura 4.2 - Exemplo de contagem de interceptos para determinação do grau de bandeamento microestrutural pelo método P. Onde  $N_{\perp}=3$  e  $N_{\parallel}=2$  (ASTM E-1268, 2007).

Após a contagem de interceptos, a determinação do grau de bandeamento foi feita utilizando as seguintes equações:

$$\Omega = \frac{\overline{N_{L\perp}} - \overline{N_{L//}}}{\overline{N_{L\perp}} + 0.571 \overline{N_{L//}}} \quad 4.1$$

Sendo:

$$\overline{N_{L\perp}} = \frac{\sum N_{L\perp}}{n} \quad 4.2$$

$$N_{L\perp} = \frac{\sum N_{L\perp}}{L_t} \quad 4.3$$

$$\overline{N_{L//}} = \frac{\sum N_{L//}}{n} \quad 4.4$$

$$N_{L//} = \frac{\sum N_{L//}}{L_t} \quad 4.5$$

Onde:

n = número total de campos avaliados.

L<sub>t</sub> = Comprimento total das linhas de referencia do *grid*.

#### 4.4 Propriedades mecânicas em tração

Foram realizados três ensaios de tração em corpos de prova, cujo comprimento foi transversal a direção de laminação das chapas. Os ensaios de tração foram realizados segundo a especificação ASTM A-370 (2008), onde foi possível conhecer a influência do carbono e manganês sobre o limite de escoamento, limite de resistência e alongamento percentual nos três aços estudados.

#### 4.5 Ensaio de dureza

Realizou-se ensaios de dureza Vickers ao longo da espessura de amostras de cada chapa, com espaçamento de 1 mm e com carga de 1 Kgf, com o objetivo de avaliar o perfil de dureza dos aços.

#### **4.6 Tenacidade à fratura**

A tenacidade à fratura foi avaliada através do ensaio Charpy, realizado segundo a norma ASTM A-370, em corpos de prova de 10 x 10 x 55 mm e com entalhe em V de 2 mm de profundidade. A direção de amostragem foi transversal ao sentido de laminação, a temperatura de -46°C, conforme requerido para estes aços na tabela 2.15 da norma ASTM A20. Foi levantada também uma curva de transição de fratura dúctil / frágil para cada uma das chapas.

#### **4.7 Ensaio de resistência a HIC**

A metodologia descrita pela norma NACE-TM-0284 (2003) foi utilizada para realização do ensaio de avaliação da resistência a HIC dos aços produzidos neste estudo. Este ensaio consistiu em exposição de corpos de prova, não tensionados, a solução tipo A composta de cloreto de sódio em solução com ácido acético saturado em ácido sulfídrico a pressão e temperatura ambiente. Os corpos de prova foram imersos nesta solução e após 96 horas foram retirados do ambiente corrosivo e avaliados com relação ao aparecimento de trincas induzidas por hidrogênio.

Dois conjuntos (*sets*) de três corpos de prova foram retirados de cada chapa, um na metade e outro um quarto da largura, com seu comprimento alinhado longitudinalmente à direção de laminação, conforme mostrado na figura 4.3. Em cada amostragem foram retirados corpos de prova, com as dimensões finais de 16 x 20 x 100 mm.

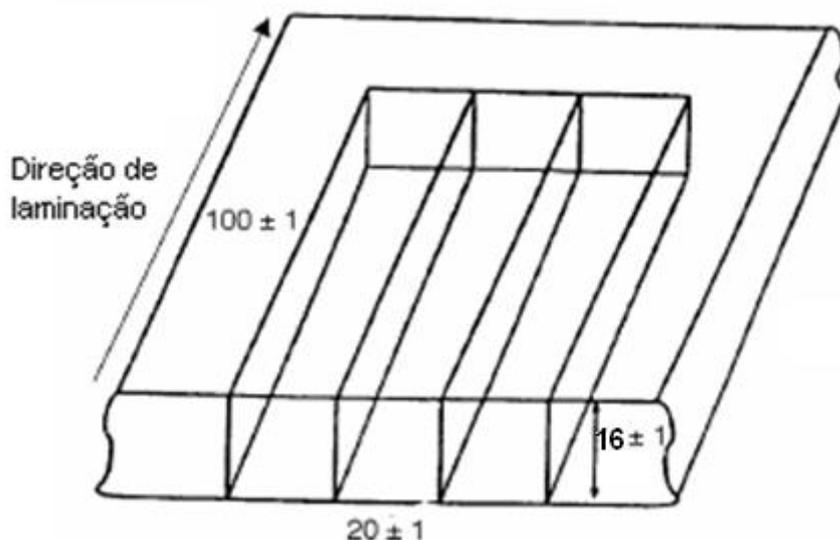


Figura 4.3 - Esquema de amostragem de chapas de espessura igual a 16 mm para o ensaio de susceptibilidade a HIC, por imersão, segundo a norma NACE-TM-0284 (2003).

A exposição dos corpos de prova a solução de ensaio foi realizada em um vaso hermético, com volume suficiente para acomodar os corpos de prova e provido de um sistema de controle da introdução e purgamento do gás  $H_2S$ . Na figura 4.4 temos um diagrama esquemático mostrando a montagem utilizada para realização do ensaio.

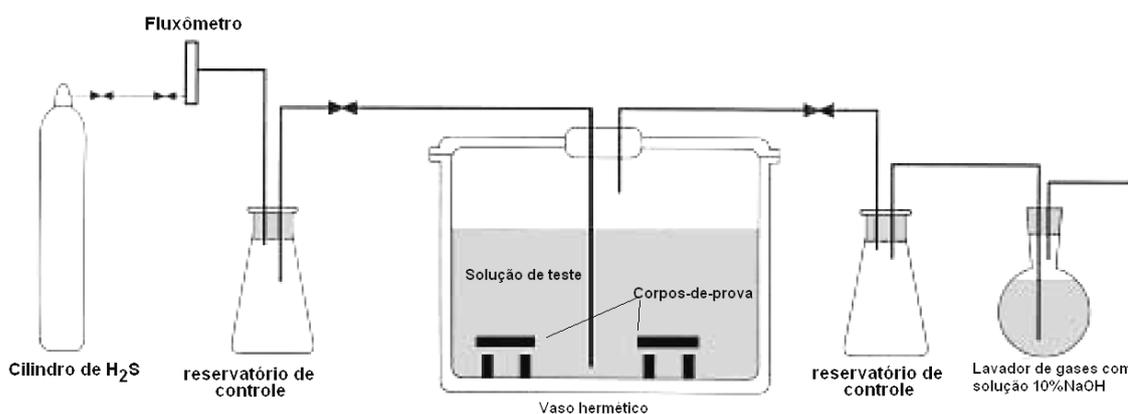


Figura 4.4 - Diagrama esquemático mostrando a montagem típica utilizada para realização do ensaio HIC segundo a norma NACE-TM-0284 (2003).

Os corpos de prova foram colocados no vaso hermético com as faces laterais na posição vertical, conforme visto na figura 4.5, e separados das paredes do vaso e de outros corpos de prova por barras redondas de vidro.

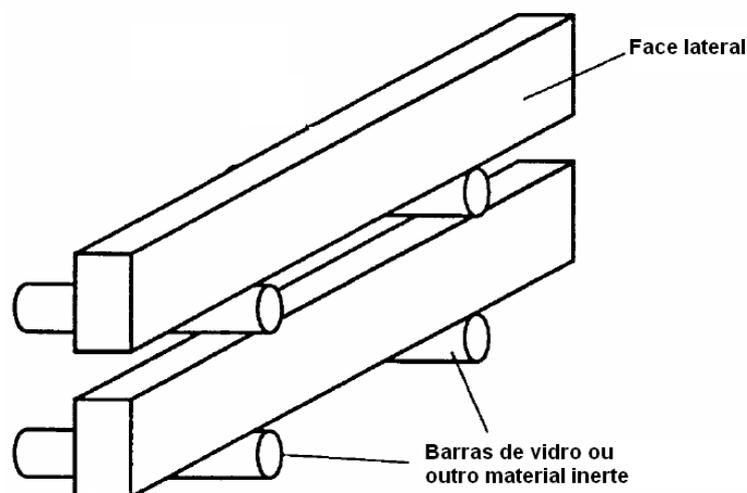


Figura 4.5 - Orientação dos corpos de prova no vaso hermético para realização do ensaio HIC segundo a norma NACE-TM-0284 (2003).

O pH foi medido no início do teste e imediatamente antes da saturação da solução com  $H_2S$  e não excedeu a 3.3, conforme determina a norma NACE-TM-0284 (2003).

A duração dos testes foi de 96 horas e a medição se iniciou após a saturação da solução de ensaio com  $H_2S$ . A temperatura da solução de teste foi controlada em  $25 \pm 3^\circ C$ .

Após o tempo de teste os corpos de prova foram avaliados por ensaio de ultrassom do tipo *C-Scan*, por imersão e com transdutor de frequência de 10 MHz, a fim de evidenciar a presença de eventuais trincas originárias da ação do hidrogênio. Posteriormente, os corpos de prova que apresentaram indicações de trincas no ensaio de ultrassom foram seccionados em 4 partes, conforme mostrado na figura 4.6, e cada uma destas faces foram adequadamente polidas para posterior análise e quantificação de eventuais trincas.

**Faces a serem  
examinadas**

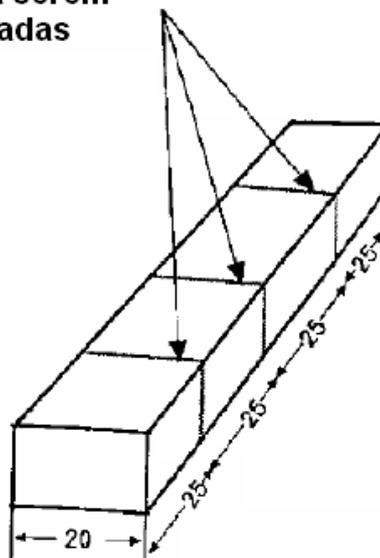


Figura 4.6 - Faces de análise de um corpo de prova segundo a norma NACE-TM-0284 (2003).

As trincas foram mensuradas como ilustrado na figura 4.7.

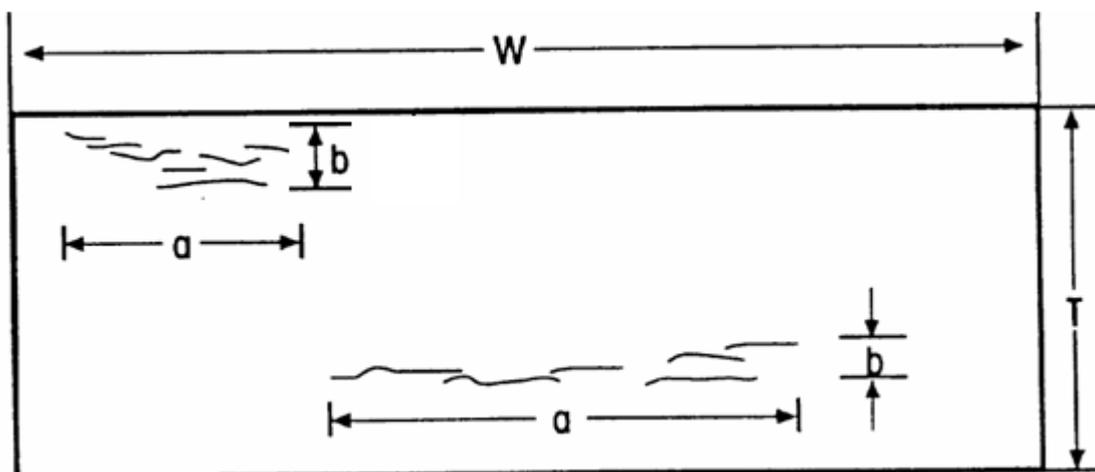


Figura 4.7 - Ilustração de uma seção de avaliação da suscetibilidade a HIC de um corpo de prova, onde é mostrada a mensuração das dimensões das trincas ( $a$ ) em relação ao comprimento e ( $b$ ) em relação à espessura. Sendo  $W$  a largura e  $T$  a espessura do corpo de prova (adaptado da NACE-TM-0284, 2003).

Na mensuração das trincas, aquelas separadas por menos de 0,5 mm foram consideradas como uma só trinca. Todas as trincas visíveis com uma ampliação de 100

vezes foram consideradas no cálculo. As seções foram avaliadas também com ampliações maiores, a fim de distinguir pequenas trincas de inclusões, *pits* de corrosão na superfície ou outras descontinuidades.

Após a determinação dos comprimentos de trinca, em relação à largura do corpo de prova (a) e em relação à espessura do corpo de prova (b), calcularam-se os parâmetros CSR (*Crack Sensivity Ratio*), CLR (*Crack Lenght Ratio*) e CTR (*Crack Thickness Ratio*), segundo as equações 4.4, 4.5 e 4.6 respectivamente.

$$CSR = \frac{\Sigma(a \times b)}{(w \times T)} \times 100\% \quad 4.4$$

$$CLR = \frac{\Sigma a}{w} \times 100\% \quad 4.5$$

$$CTR = \frac{\Sigma b}{T} \times 100\% \quad 4.6$$

Sendo (a) igual ao comprimento das trincas no sentido da largura, (b) igual à espessura das trincas, (W) igual à largura total e (T) igual à espessura total do corpo de prova.

## CAPÍTULO 5

### RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 5.1 Processamento do material

##### 5.1.1 Produção das chapas grossas

Na tabela V.1 verifica-se a análise química de produto das chapas das três corridas produzidas em escala piloto:

Tabela V.1 - Composição química das três corridas produzidas em escala piloto no Centro de Tecnologia da Usiminas (%).

Corrida (3)	CE (1)	C	Mn	P	S	Si	Cu	Ni	Cr	Nb	Ti	Al	Ca	N
BMn	0,43	0,16	0,90	0,017	0,002	0,24	0,30	0,25	0,25	0,024	0,009	0,038	0,0019	0,0050
MMn	0,47	0,14	1,21	0,015	0,002	0,25	0,31	0,26	0,25	0,025	0,010	0,031	0,0023	0,0061
AMn	0,51	0,13	1,51	0,015	0,002	0,25	0,30	0,24	0,26	0,024	0,011	0,033	0,0022	0,0058
Especificação ASTM-A516-70	(2)	≤0,23	0,85 ~ 1,60	0,025	0,025	0,13 ~ 0,45	≤ 0,43	≤ 0,43	≤ 0,34	≤ 0,030	≤ 0,040	≥ 0,015	(2)	(2)

(1) Carbono equivalente calculado segundo a fórmula:

$$CE = C + Mn/6 + (Cr + Mo + V)/5 + (Ni + Cu)/15.$$

(2) Teores não especificados.

(3) Análises de produtos.

As composições químicas das três corridas ficaram em acordo com os projetos de ligas propostos no item 4.2 e também em acordo com a especificação ASTM A516 grau 70.

Tabela V.2 - Temperaturas de acabamento obtidas para os três aços laminados.

Aço	Temp. acabamento (°C)
BMn	917
MMn	918
AMn	924

Posteriormente as chapas obtidas foram submetidas a um tratamento térmico de normalização, conforme descrito no capítulo anterior.

## 5.2 Caracterizações do material

### 5.2.1 Análises metalográficas

#### 5.2.1.1 Avaliação da limpidez

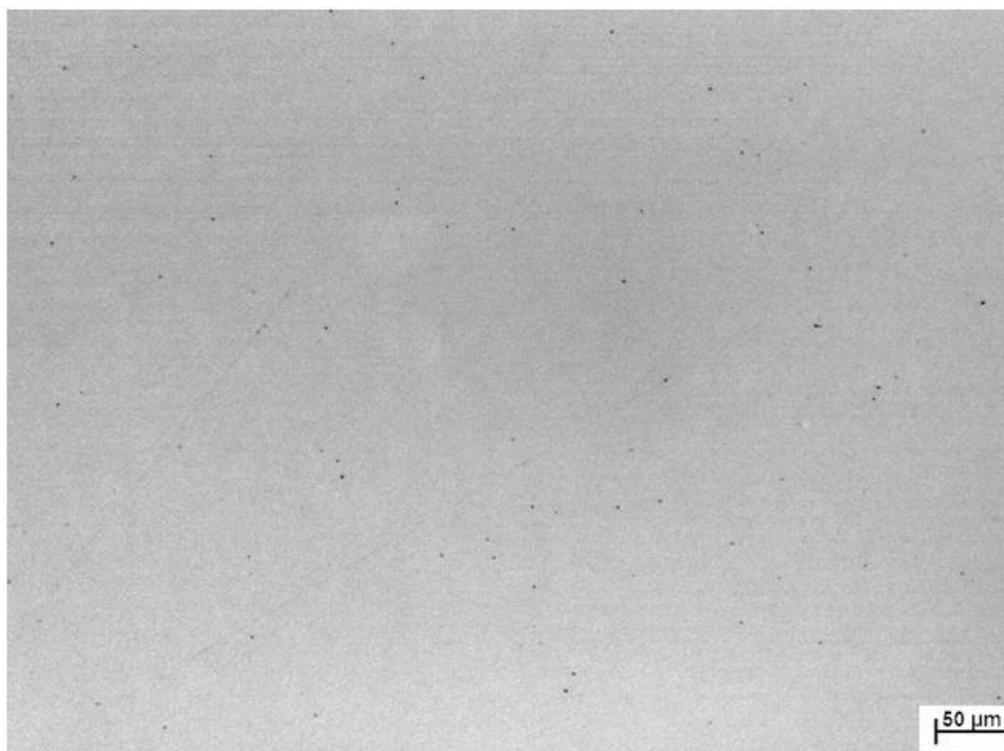
A tabela V.3 mostra a classificação de inclusões das amostras retiradas em cada aço segundo a carta padrão I da especificação ASTM-E45 edição 1997.

Tabela V.3 - Classificação e distribuição das inclusões presentes nas amostras segundo a carta padrão I da especificação ASTM-E45 edição 1997.

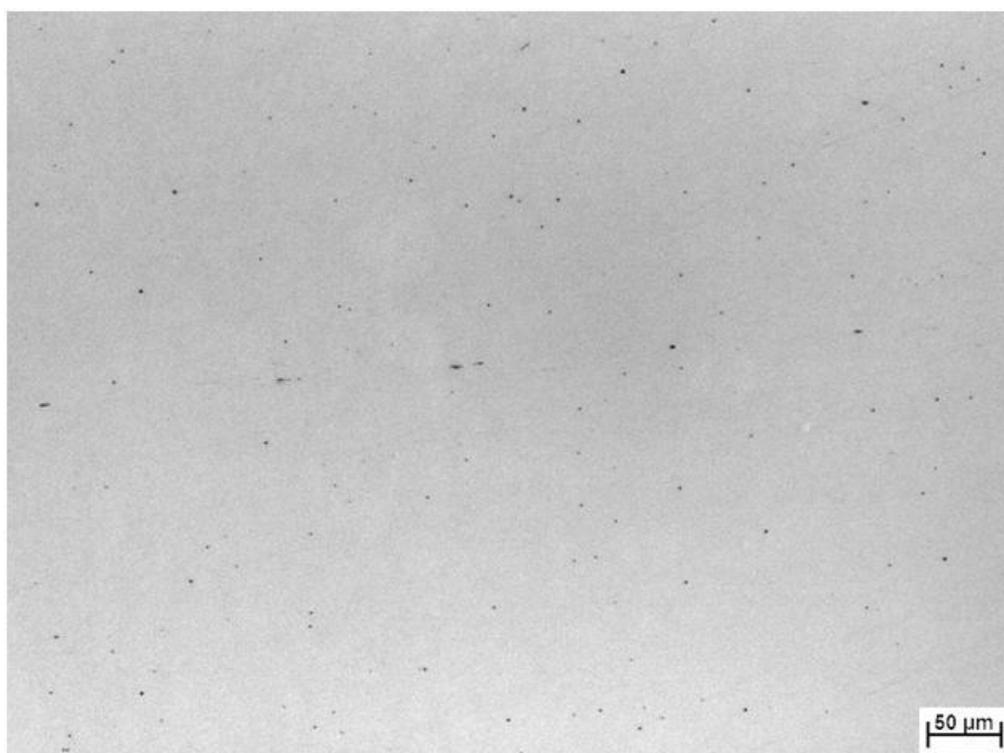
Aço	Sulfeto	Alumina	Silicato	Óxidos globulares
BMn	-	-	-	2,0 F
MMn	-	-	-	1,5 F
AMn	-	-	-	2,5 F

Nas amostras dos três aços também se verificou precipitados de Ti no centro da espessura, e algumas finas inclusões de MnS.

Nas figuras 5.1 a 5.3 são mostradas as micrografias de inclusões de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura das chapas de cada um dos aços. Não foram observadas inclusões de alumina e silicato em amostras de nenhum dos três aços, sendo verificada a presença de algumas finas inclusões de MnS localizadas no centro da espessura de todas as três amostras. Óxidos globulares estão presentes em todos os três aços.

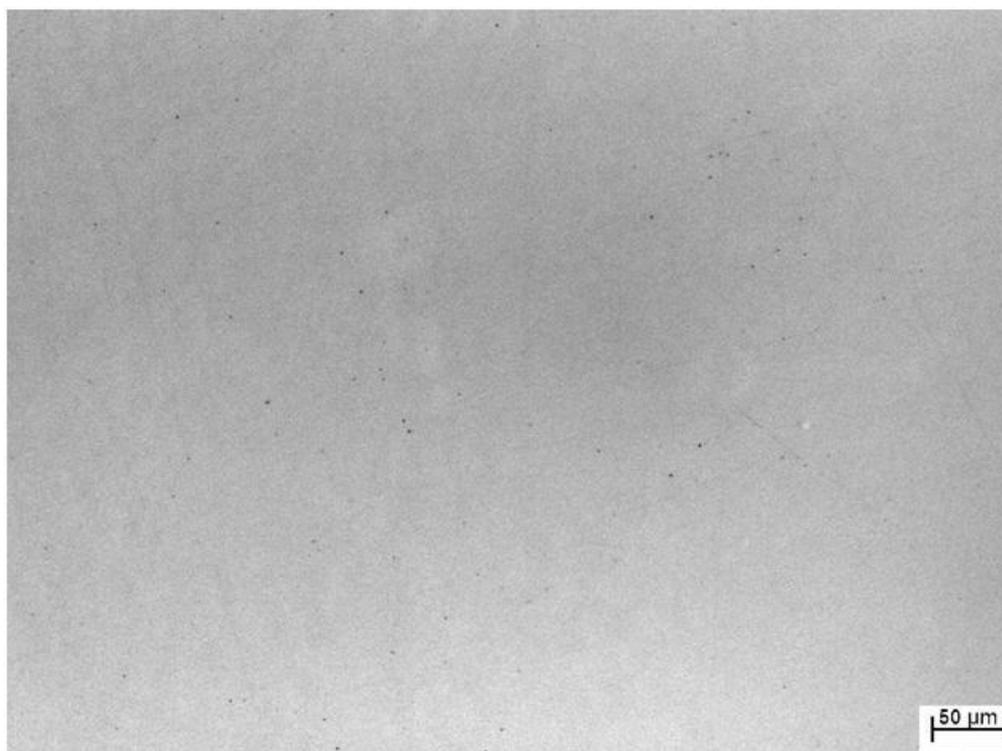


Aço BMn - Micrografia de inclusões obtida a 1/4 da espessura.

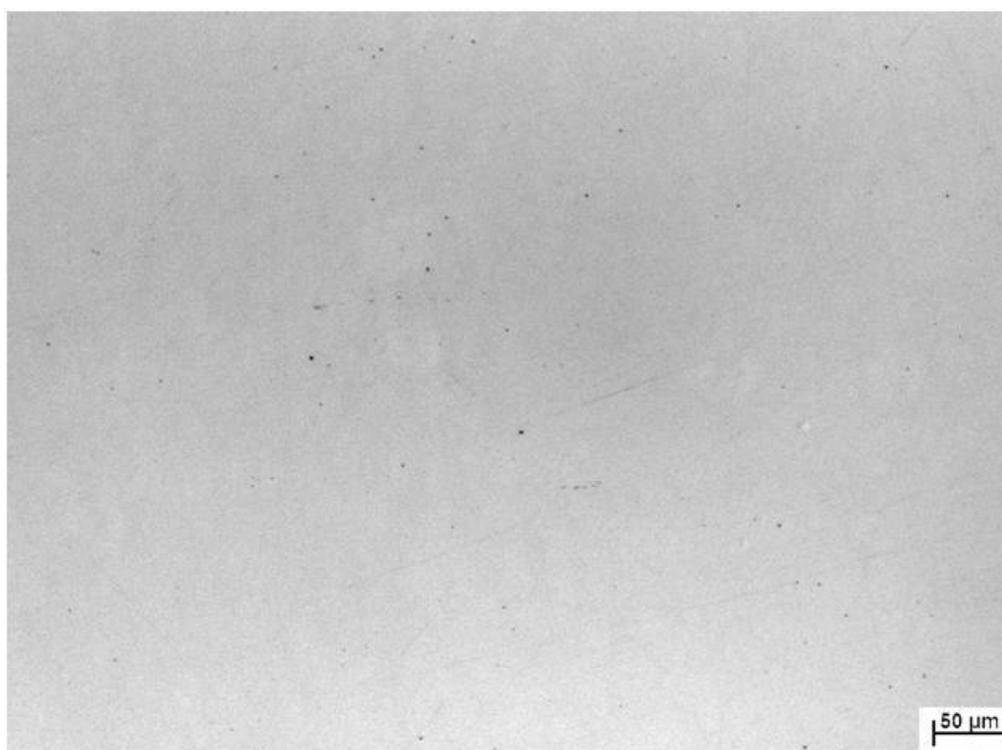


Aço BMn - Micrografia de inclusões obtida a 1/2 da espessura.

Figura 5.1 - Micrografias de inclusões de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa do aço BMn com ampliação de 200 vezes.

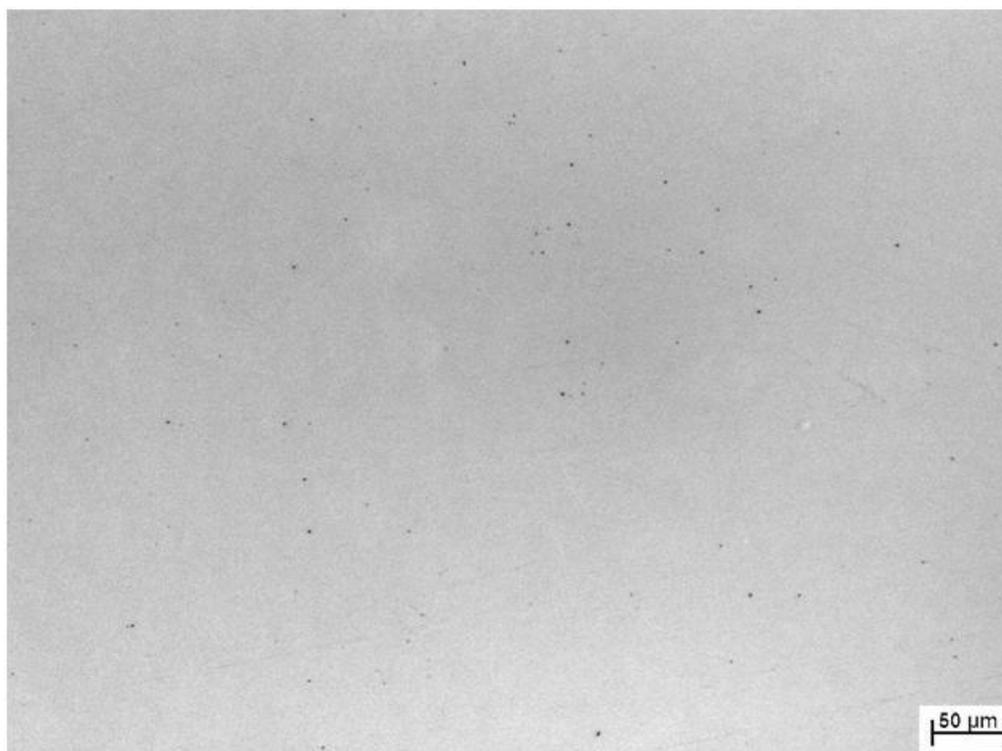


Aço MMn - Micrografia de inclusões obtida a 1/4 da espessura.

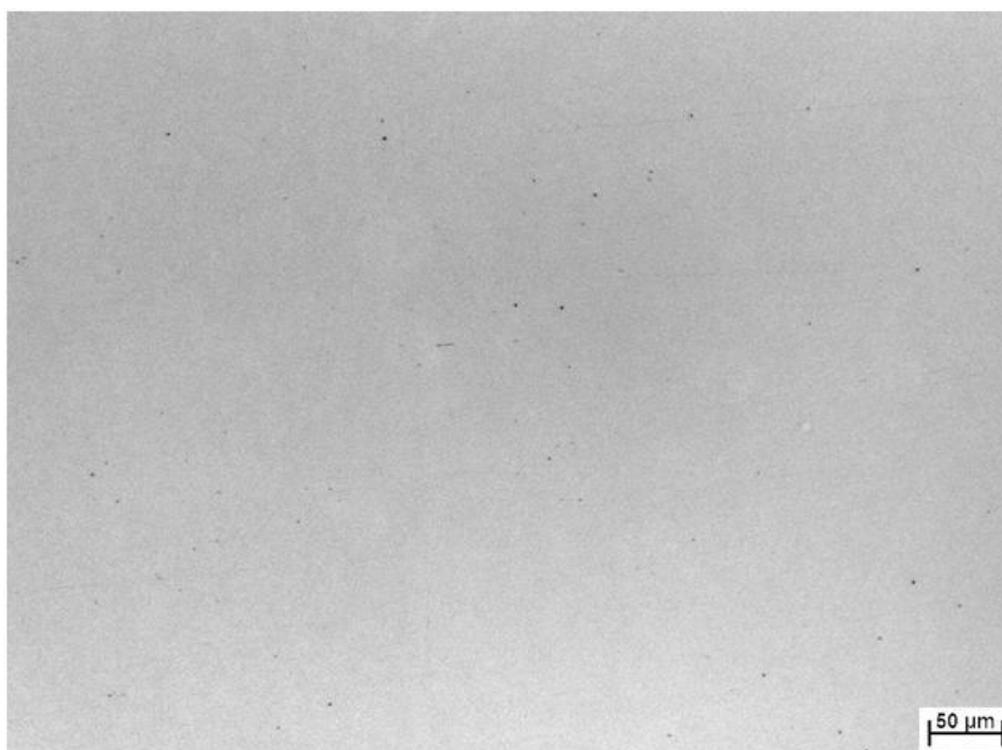


Aço MMn - Micrografia de inclusões obtida a 1/2 da espessura.

Figura 5.2 - Micrografias de inclusões de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa do aço MMn com ampliação de 200 vezes.



Aço AMn - Micrografia de inclusões obtida a 1/4 da espessura.



Aço AMn - Micrografia de inclusões obtida a 1/2 da espessura.

Figura 5.3 - Micrografias de inclusões de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa do aço AMn com ampliação de 200 vezes.

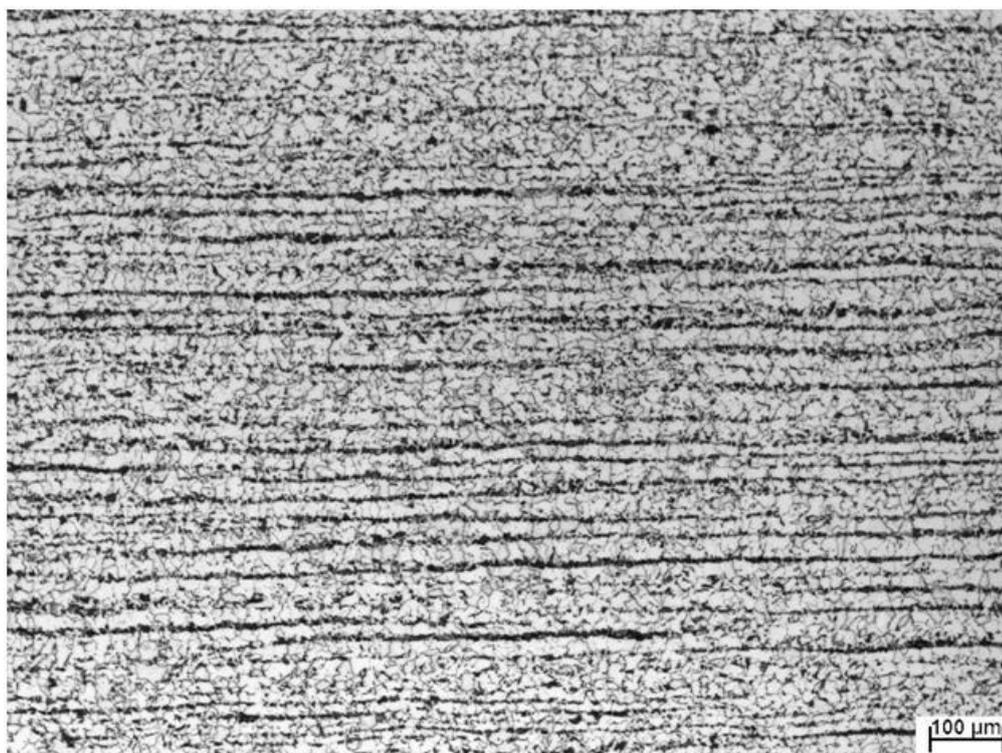
### 5.2.1.2 Avaliação microestrutural

As figuras 5.4 a 5.6 mostram as microestruturas obtidas através de microscopia óptica de amostras dos três aços retiradas a um quarto e no centro da espessura das chapas, com ampliação de 100 vezes. O reagente utilizado como ataque químico para revelar a microestrutura foi o Nital com concentração de 4% de ácido nítrico.

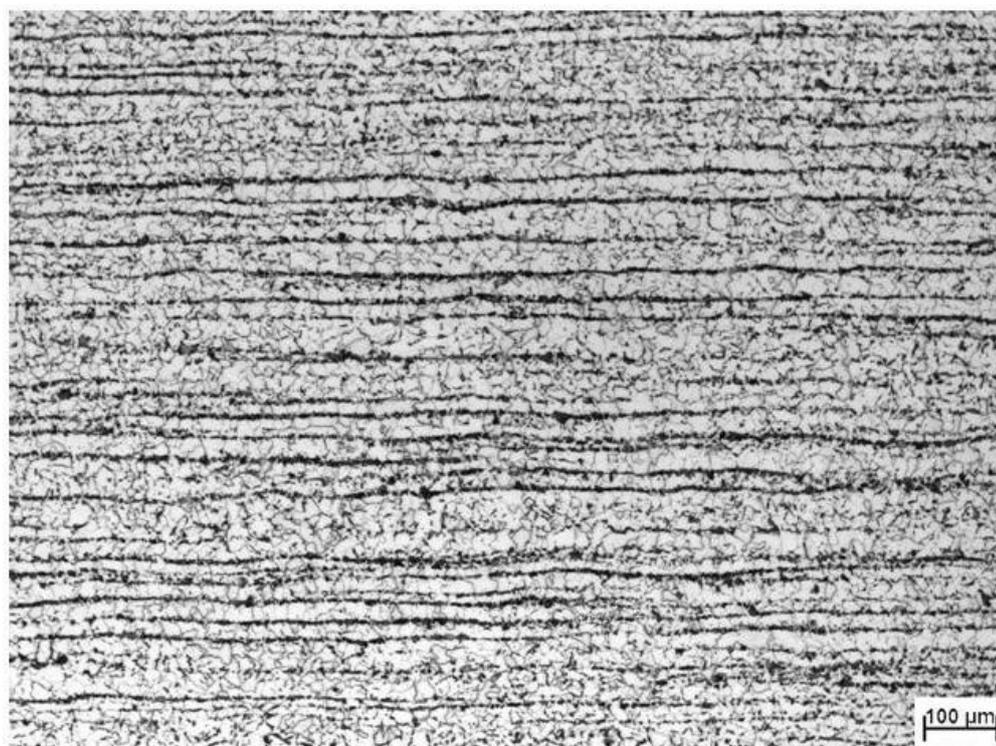
Observando-se estas microestruturas verifica-se que os três aços são constituídos de perlita em uma matriz de ferrita proeutetóide, sendo que a perlita apresenta-se distribuída de maneira bandeada, com um forte alinhamento no sentido de laminação.

Nas figuras 5.7 a 5.9, verificam-se as microestruturas obtidas utilizando-se a mesma metodologia citada anteriormente, porém, as amostras foram retiradas no centro da espessura das chapas, e estão com ampliação de 200 e 1000 vezes.

Na figura 5.9 observa-se também microestruturas típicas de baixa temperatura de transformação distribuída de forma alinhada. A presença destes microconstituintes pode ser atribuída a maior temperabilidade do aço AMn, em função dos maiores teores de Mn e carbono equivalente deste aço. Este fato está de acordo com o observado por MATSUMOTO (1986) que ao se aumentar o teor de Mn verifica-se elevação da fração desses tipos de microconstituintes nas zonas mais segregadas. MIRANDA (1987) e CARNEIRO (1997) também evidenciaram esses tipos de microconstituintes em aços como laminados e normalizados com carbono equivalente igual a 0,28%, 0,34% e 0,38%.

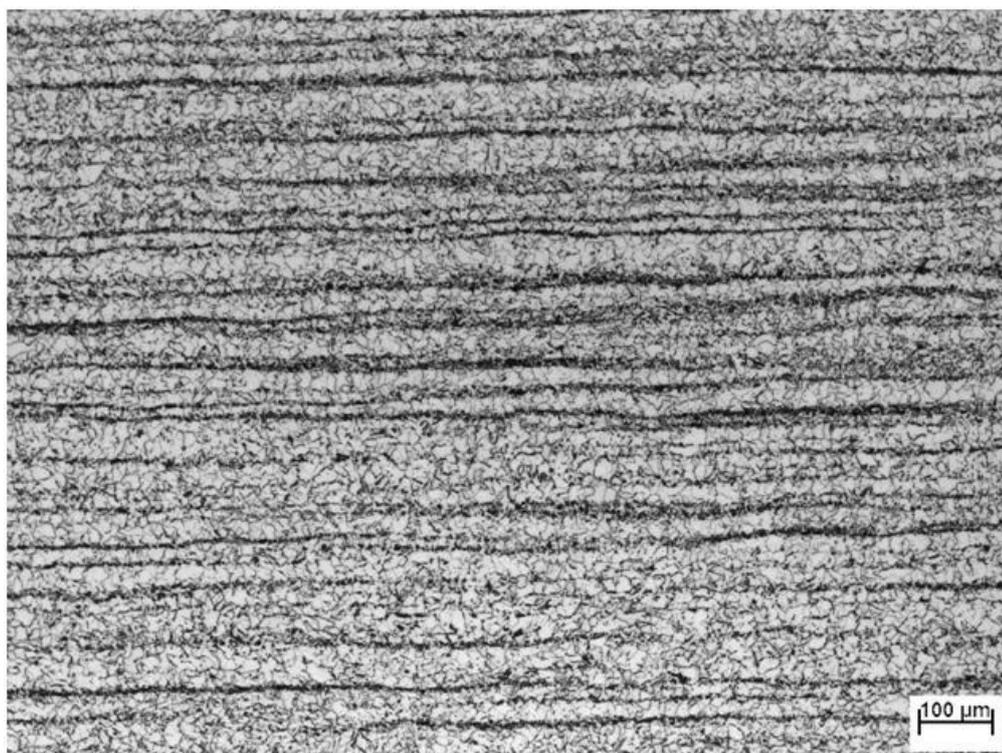


Aço BMn - Micrografia obtida a 1/4 da espessura.

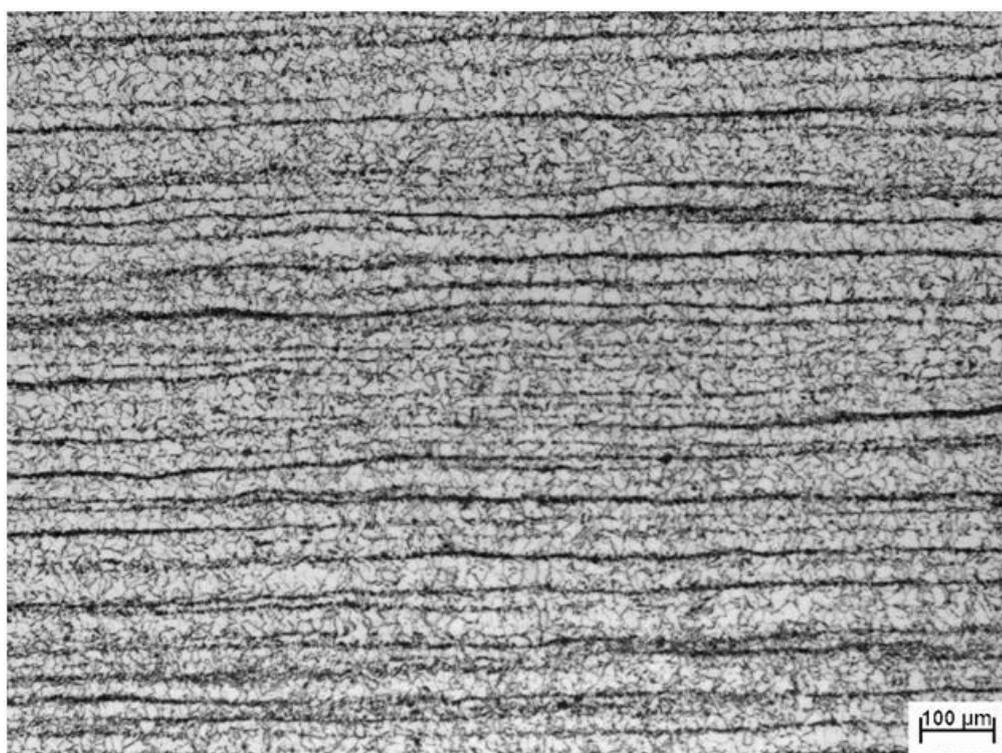


Aço BMn - Micrografia obtida a 1/2 da espessura.

Figura 5.4 - Micrografias obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa representante do aço BMn, com ampliação de 100 vezes.

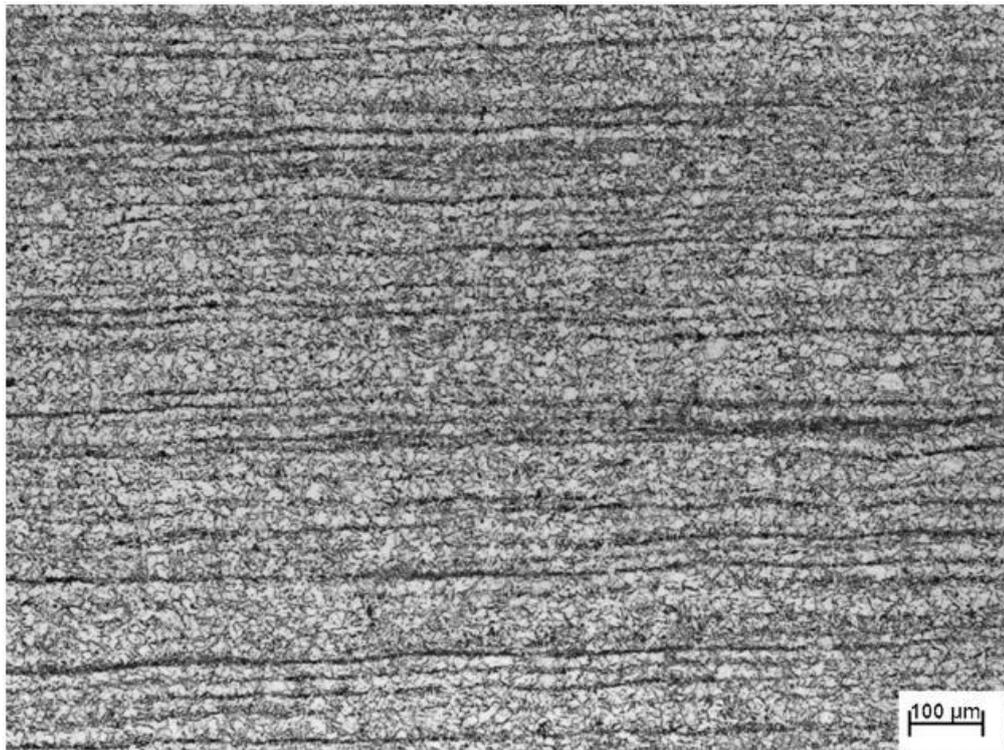


Aço MMn - Micrografia obtida a 1/4 da espessura.

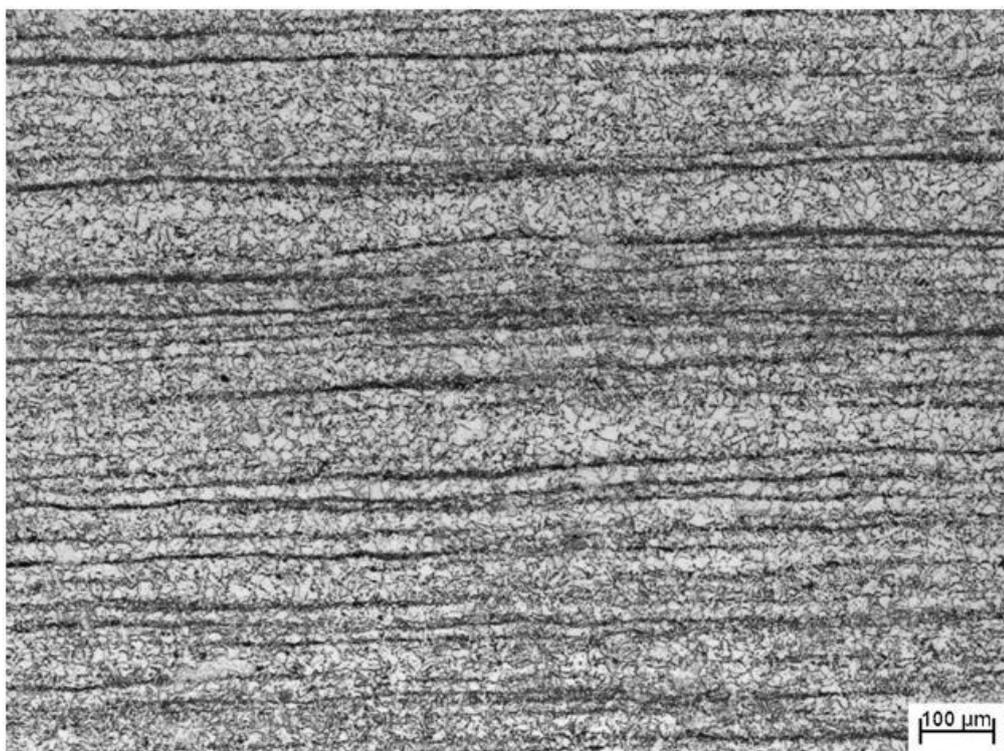


Aço MMn - Micrografia obtida a 1/2 da espessura.

Figura 5.5 - Micrografias obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa representante do aço MMn, com ampliação de 100 vezes.

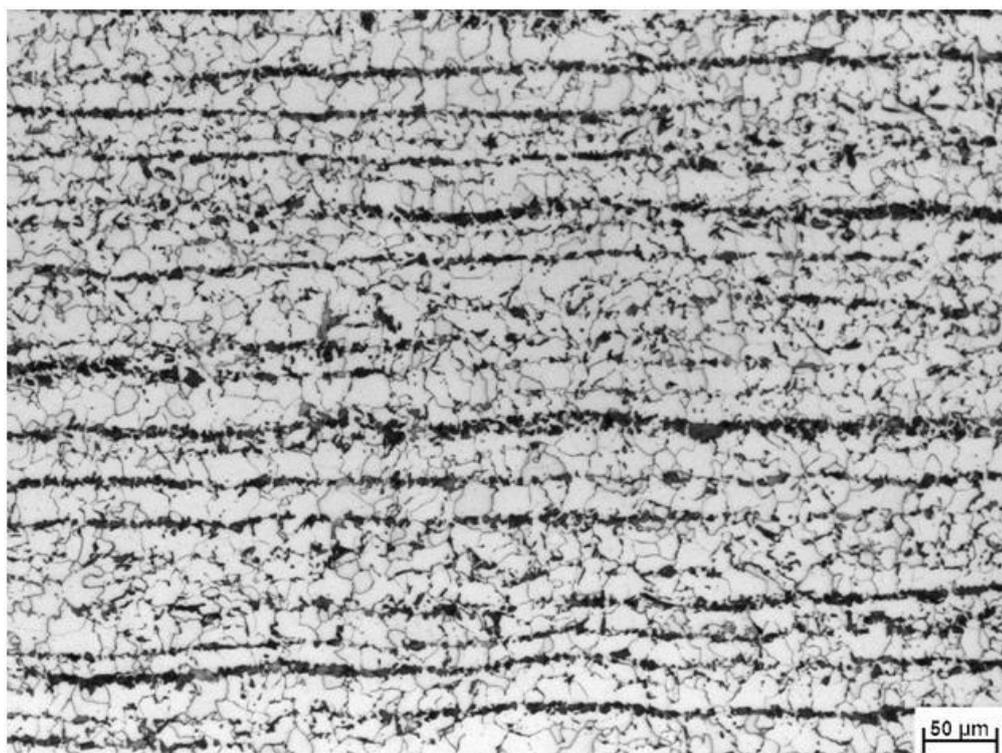


Aço AMn - Micrografia obtida a 1/4 da espessura.

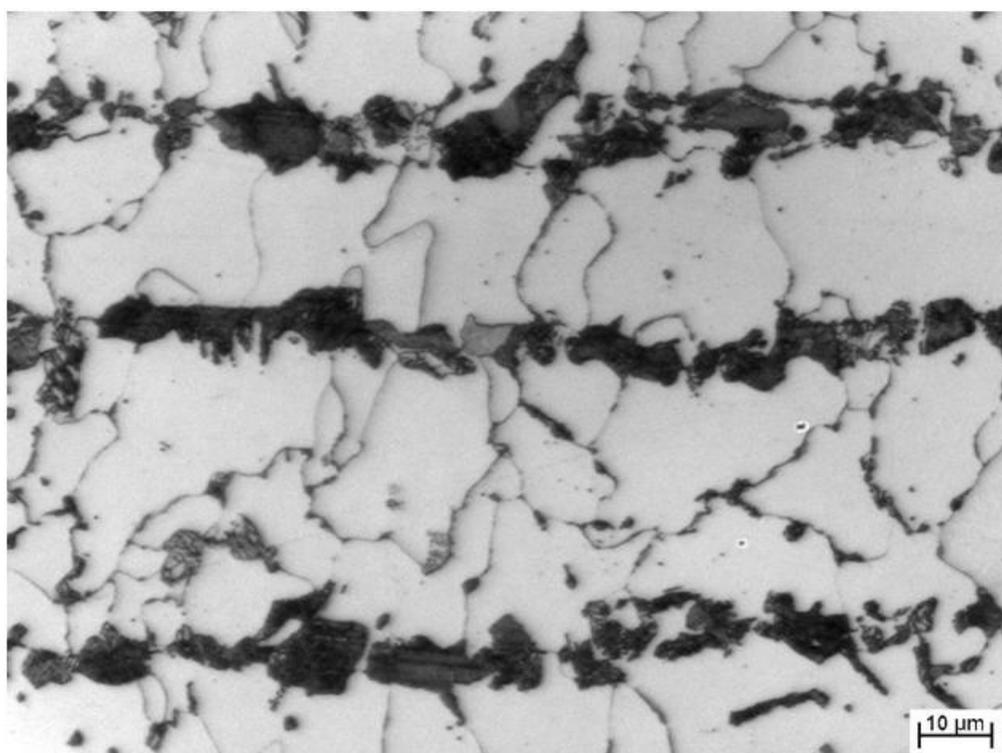


Aço AMn - Micrografia obtida a 1/2 da espessura.

Figura 5.6 - Micrografias obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas a um quarto e na metade da espessura da chapa representante do aço AMn, com ampliação de 100 vezes.

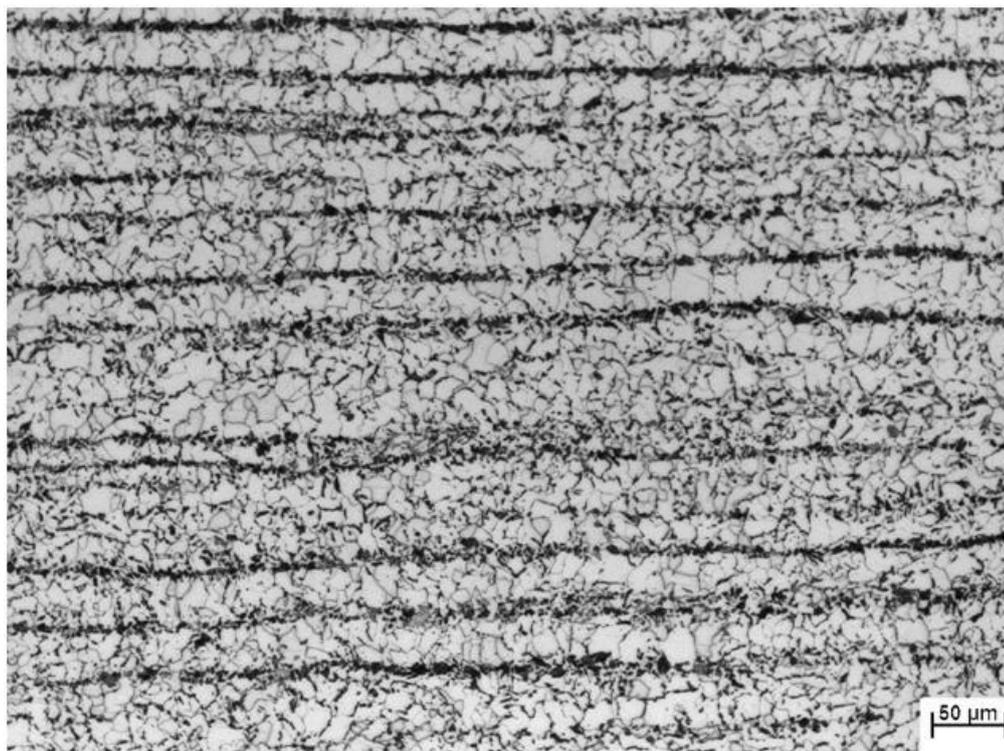


Aço BMn - Micrografia obtida com ampliação de 200x.

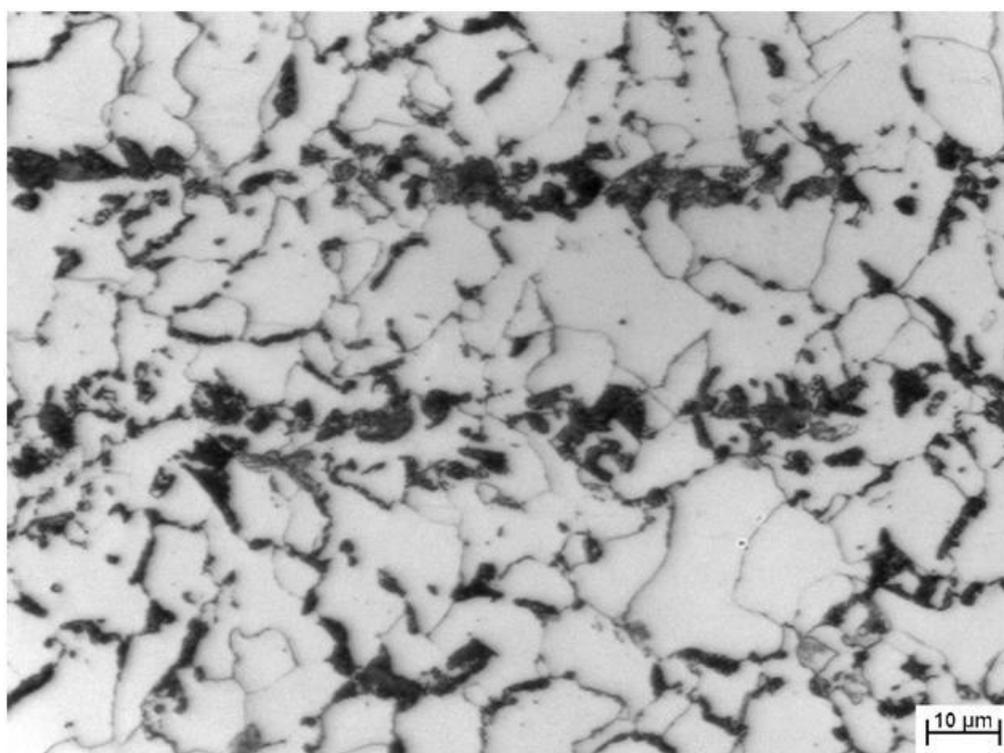


Aço BMn - Micrografia obtida com ampliação de 1000x.

Figura 5.7 - Microestruturas obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas na metade da espessura da chapa representante do aço BMn, com ampliação de 200 e 1000 vezes.

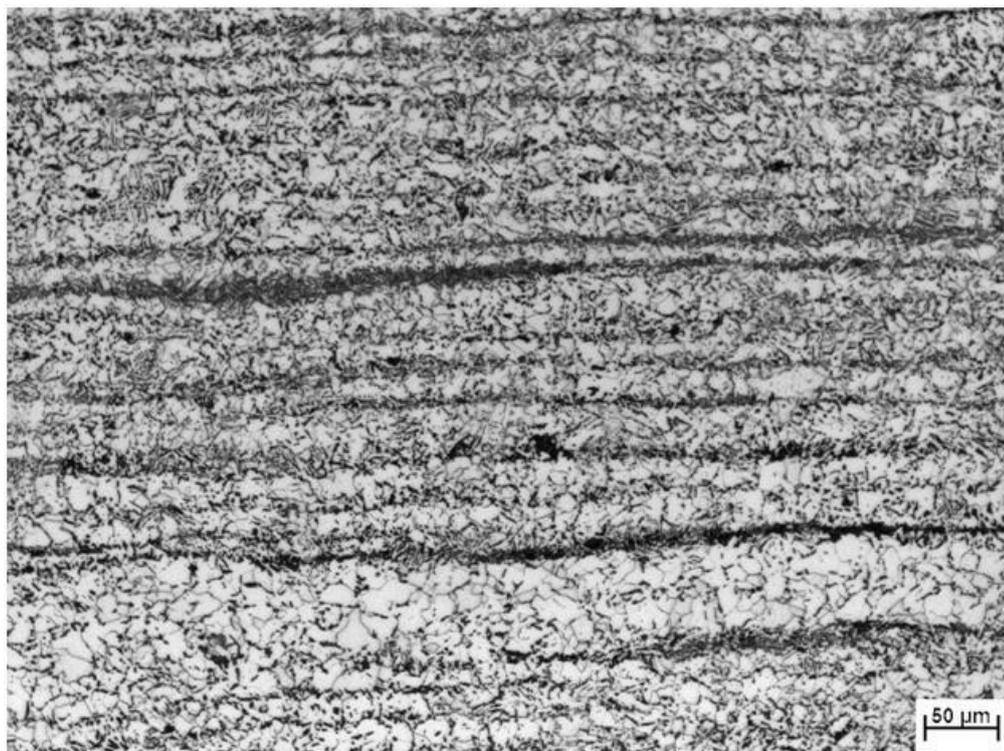


Aço MMn - Micrografia obtida com ampliação de 200x.

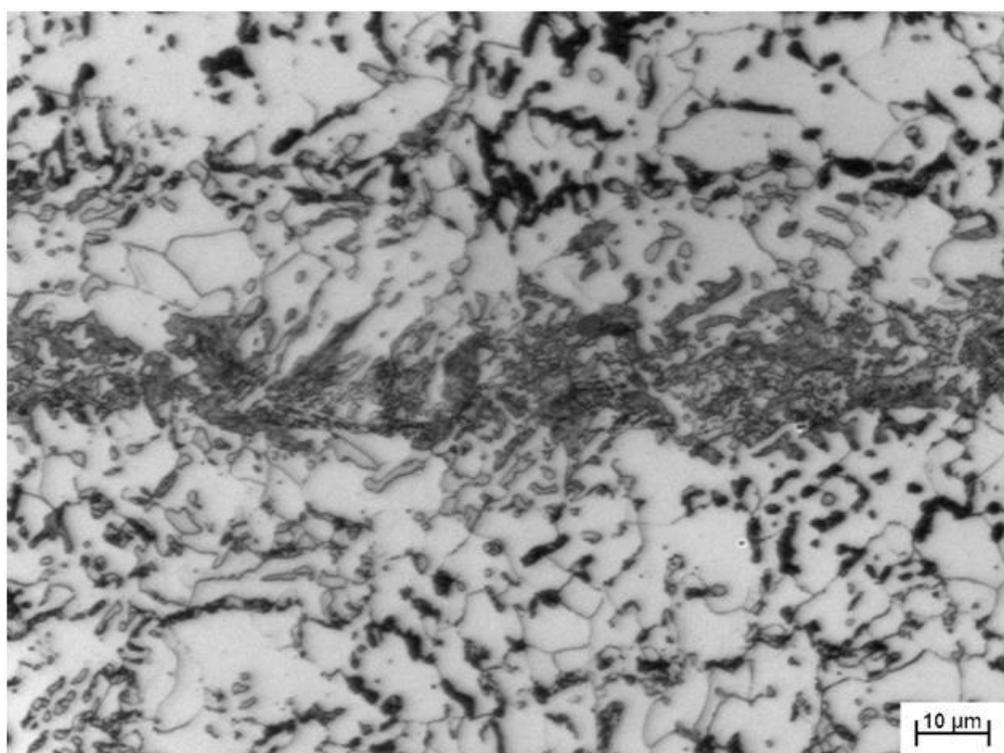


Aço MMn - Micrografia obtida com ampliação de 1000x.

Figura 5.8 - Microestruturas obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas na metade da espessura da chapa representante do aço MMn, com ampliação de 200 e 1000 vezes.



Aço AMn - Micrografia obtida com ampliação de 200x.



Aço AMn - Micrografia obtida com ampliação de 1000x.

Figura 5.9 - Microestruturas obtidas com ataque Nital 4%, de amostras retiradas na metade da espessura da chapa representante do aço AMn, com ampliação de 200 e 1000 vezes.

As figuras 5.10 a 5.12 mostram as micrografias obtidas após ataque químico com o reagente metabissulfito de sódio, em uma ampliação de 200 vezes. Nessas micrografias observa-se a presença de martensita e/ou constituinte MA (austenita retida, martensita ou ambas) nas amostras das chapas dos três aços, esses microconstituintes são caracterizados, após este tipo de ataque, pela cor branca. Nota-se aumento na quantidade de martensita e/ou constituinte MA com o aumento do teor de Mn dos aços.

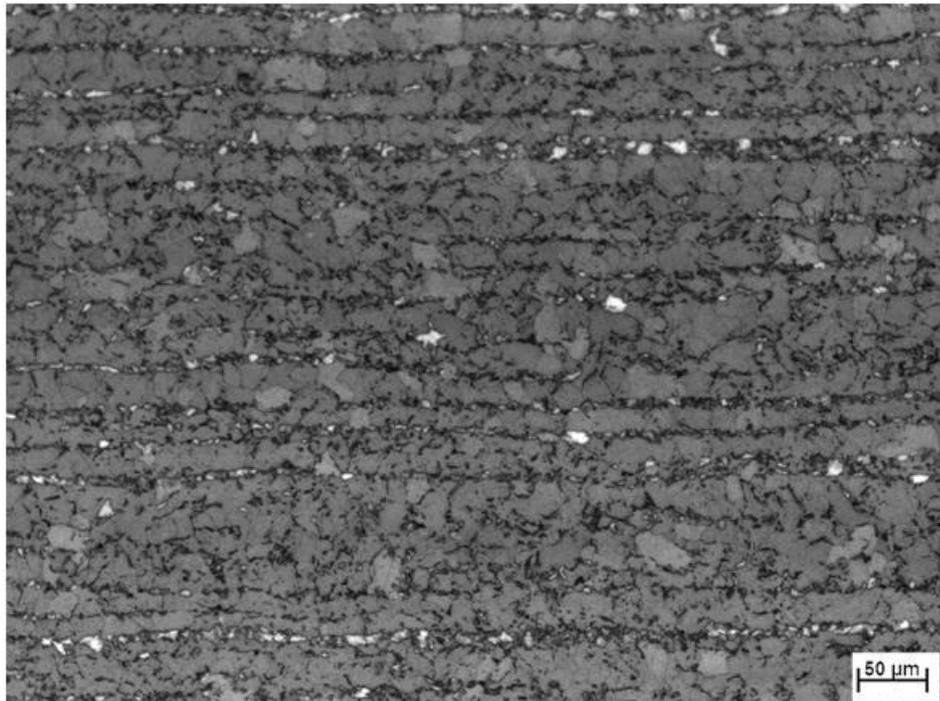


Figura 5.10 - Microestrutura obtida com ataque metabissulfido de sódio, de amostra retirada na metade da espessura da chapa representante do aço BMn, com ampliação de 200 vezes.

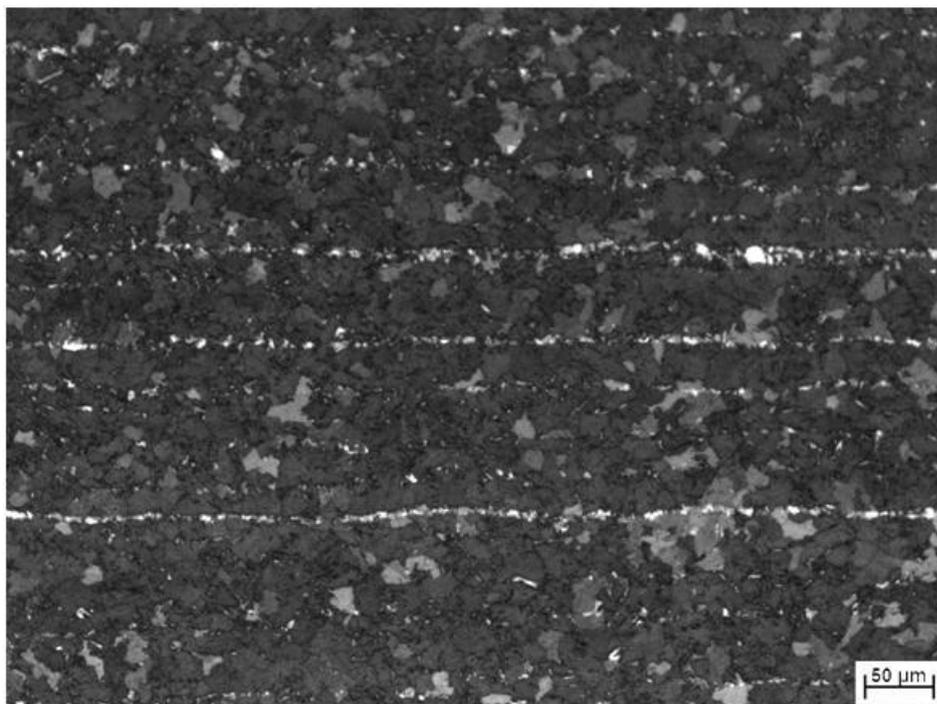


Figura 5.11 - Microestrutura obtida com ataque metabissulfido de sódio, de amostra retirada na metade da espessura da chapa representante do aço MMn, com ampliação de 200 vezes.

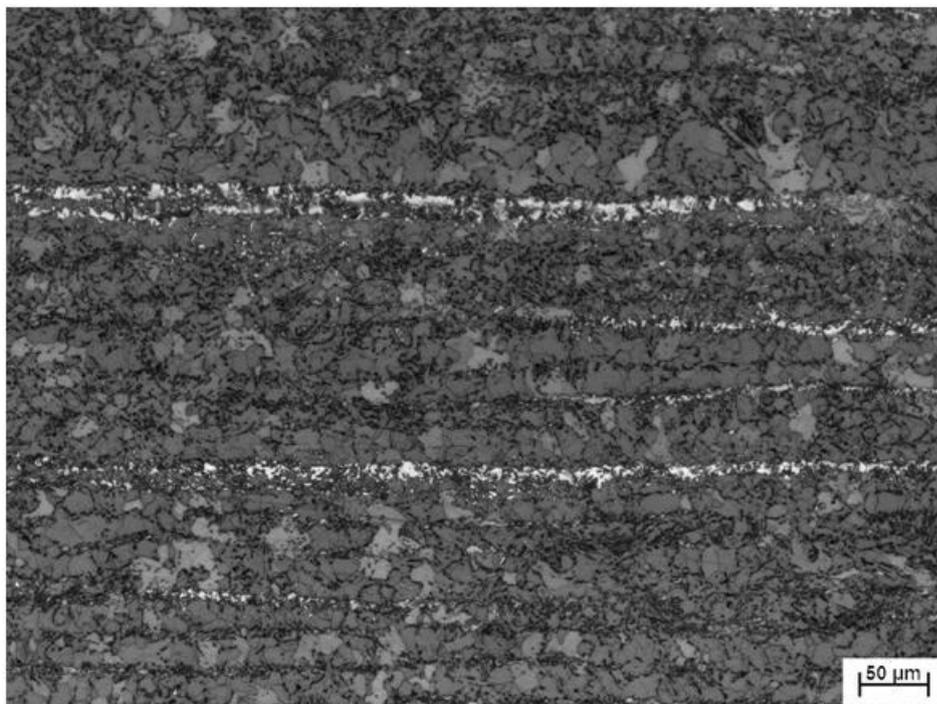


Figura 5.12 - Microestrutura obtida com ataque metabissulfido de sódio, de amostra retirada na metade da espessura da chapa representante do aço AMn, com ampliação de 200 vezes.

De forma geral, regiões que possuem baixas concentrações de elementos estabilizadores da austenita, como o Mn, irão sob baixas taxas de resfriamento se transformar primeiro em ferrita e rejeitar o excesso de C para regiões vizinhas ricas em Mn. Isso possibilita o enriquecimento da fase austenita remanescente em C, que, por sua vez, torna possível a presença da austenita retida em temperatura ambiente, por deslocar a temperatura de início de formação da martensita para temperaturas menores que a ambiente. Além disso, conforme a figura 5.13, quanto maior o teor de C na austenita maior será a fração de austenita retida.

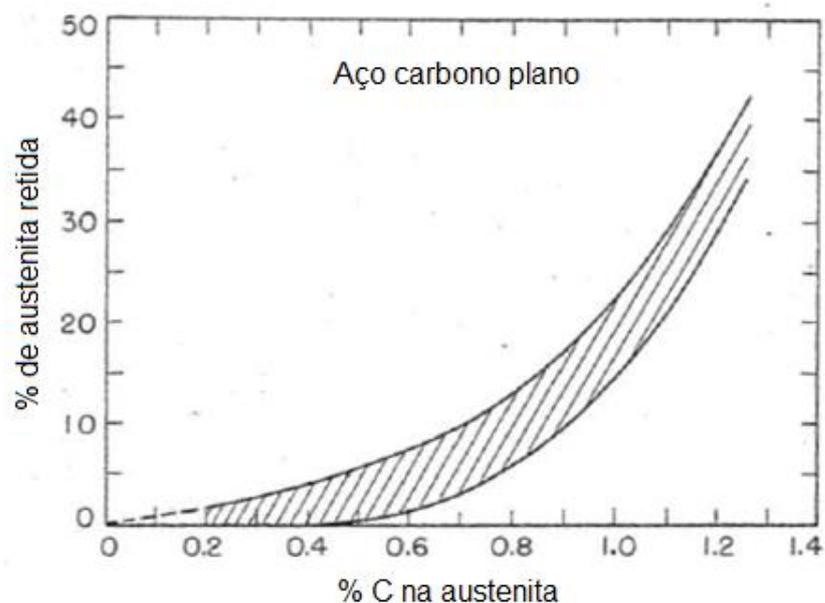


Figura 5.13 - Efeito do percentual de carbono no percentual de austenita retida de um aço carbono plano (COHEN, M, 1949).

Destaca-se também que o Mn está entre os elementos mais efetivo na promoção da temperabilidade. Isto acontece porque este elemento provoca um atraso nas transformações perlítica e bainítica durante o resfriamento, propiciando a obtenção de martensita mesmo em resfriamento lento (PICHLER et al, 1999). Esse fato, conjuntamente com o descrito no parágrafo anterior, pode explicar a presença dos constituintes martensita e/ou MA nestes aços.

### 5.2.1.3 Determinação da fração volumétrica dos constituintes

A fração volumétrica dos constituintes presentes foi determinada a partir de análise de imagens, utilizando-se um microscópio óptico Carl Zeiss dotado do software comercial AxionVision, em micrografias fotografadas em 20 campos a  $\frac{1}{4}$  da espessura da chapa.

A tabela V.4 mostra a fração volumétrica dos constituintes encontrada e a figura 5.14 mostra graficamente estas frações para cada aço.

Tabela V.4 - Fração volumétrica dos constituintes presentes nas amostras.

Aço	Fração Volumétrica das Fases			
	Ferrita		Perlita e outros	
BMn	Ferrita	83,71±2,04	Perlita e outros	16,29±2,04
MMn	Ferrita	77,75±0,96	Perlita e outros	22,25±0,96
AMn	Ferrita	80,83±2,33	Perlita e outros	19,17±2,33

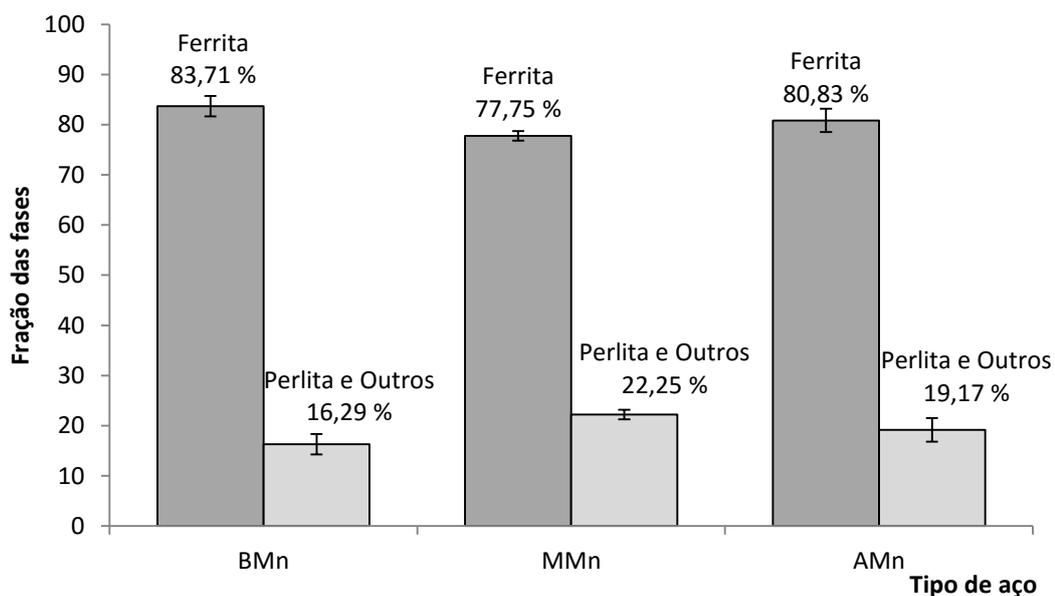


Figura 5.14 - Fração volumétrica dos constituintes de cada aço.

### 5.2.1.4 Avaliação do tamanho de grão ferrítico

A tabela V.5 e a figura 5.15 mostram o resultado encontrado na avaliação do tamanho de grão ferrítico, realizado a  $\frac{1}{4}$  da espessura e utilizando-se a técnica descrita na ASTM-E-112 (2004).

Tabela V.5 - Tamanho de grão ferrítico de amostras de cada uma dos três aços.

Aço	Tamanho de grão ferrítico ( $\mu\text{m}$ )
BMn	$13,87 \pm 0,81$
MMn	$8,43 \pm 0,78$
AMn	$7,30 \pm 0,27$

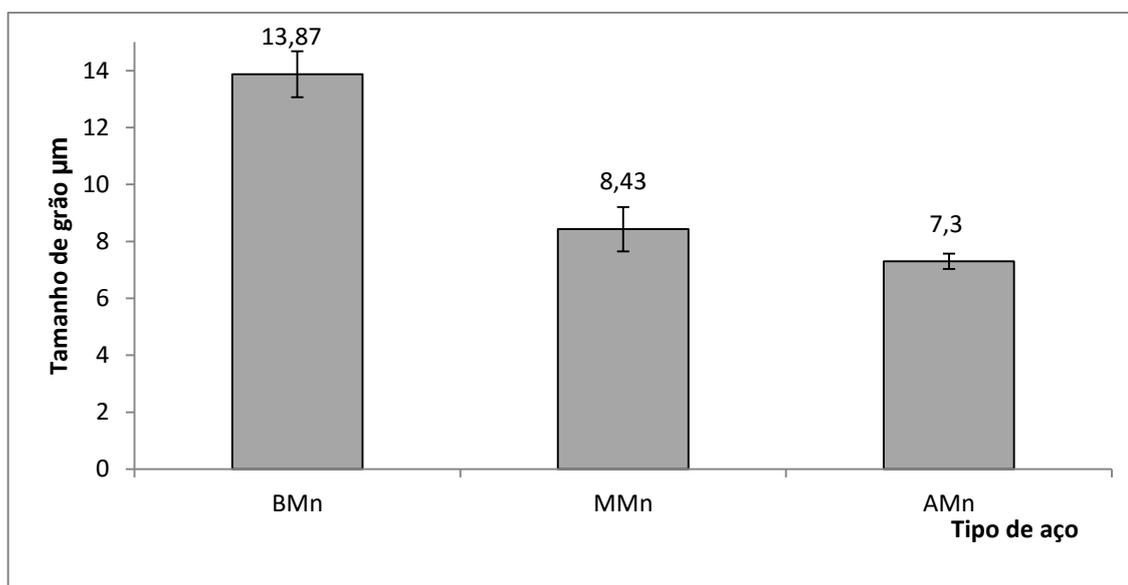


Figura 5.15 - Tamanho de grão ferrítico de cada aço avaliado conforme ASTM-E112 (2004).

Verifica-se que os aços com maior teor de Mn e menor teor de C exibiram um menor tamanho de grão, este evento é explicado pelo fato do Mn reduzir a temperatura de transformação  $A_{R3}$ , e desta forma beneficiar a nucleação sem crescimento excessivo dos grãos ferríticos.

Com a variação dos teores de C e Mn a temperatura de transformação  $A_{R3}$ , calculada através da fórmula 5.1, proposta por OUCHI (1982), foi reduzida de  $767^{\circ}\text{C}$  para  $728^{\circ}\text{C}$ , figura 5.16, esta redução de  $39^{\circ}\text{C}$  favorece o refino de grãos.

$$A_{R3} = [910 - 310C - 80Mn - 20Cu - 15Cr - 55Ni - 80Mo + 0,35(t - 8)]^{\circ}\text{C}$$

5.1

Onde  $t$  é a espessura da chapa.

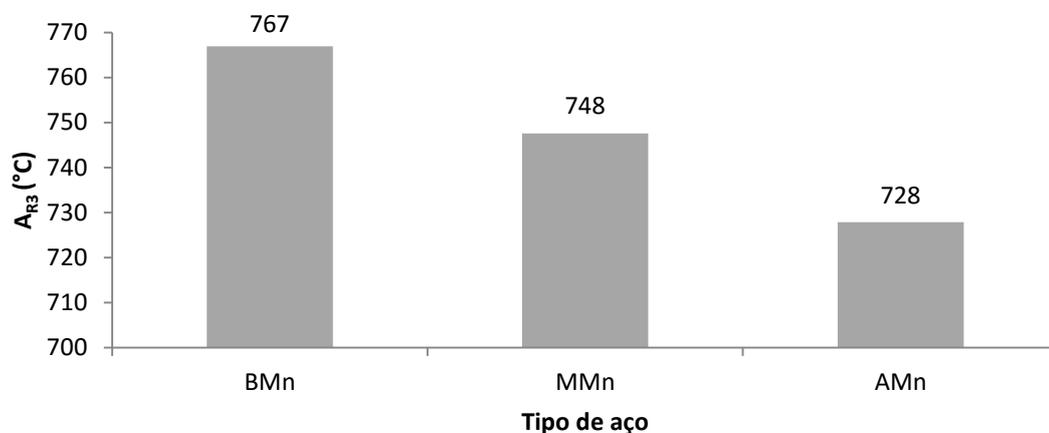


Figura 5.16 - Temperaturas de transformação  $A_{R3}$  em função do tipo de aço.

### 5.2.1.5 Determinação do grau de bandeamento microestrutural

As tabelas X.1 a X.9, mostradas no anexo 9.1, exibem a memória dos cálculos realizados e os resultados encontrados nas análises de avaliação do alinhamento microestrutural, realizadas conforme a prática descrita no capítulo 4, onde foram determinados em triplicata os graus de bandeamento microestrutural em amostras retiradas dos três aços.

A tabela V.6 mostra resumidamente os valores médios e desvios padrões para os valores de grau de bandeamento microestrutural apresentados no anexo 10.1.

Tabela V.6 - Valores médios e desvios padrões do grau de bandeamento avaliado segundo a ASTM-E1268 (2007).

Aço	Grau de bandeamento $\Omega$	
	Valores individuais	Média $\pm \sigma$
BMn	0,55 - 0,66 - 0,45	0,55 $\pm$ 0,10
MMn	0,42 - 0,46 - 0,51	0,48 $\pm$ 0,03
Amn	0,40 - 0,43 - 0,49	0,46 $\pm$ 0,04

Verifica-se na tabela V.6 que o grau de bandeamento médio foi reduzido de 0,55 para 0,46 na medida que o teor de Mn foi aumentado e o teor de C reduzido. Todavia,

verificou-se grande similaridade entre o grau de bandeamento das corridas MMn e AMn. Conforme definido pela equação 4.1, o grau de bandeamento é determinado a partir dos parâmetros médios  $\overline{N_{L//}}$  e  $\overline{N_{L\perp}}$ , conforme se observa no anexo 10.1 essas médias e seus desvios padrões são aproximados para os três aços estudados. Esta similaridade também é observada nos diagramas de caixa exibidos nas figuras 5.17 e 5.18. Sendo assim, a metodologia de análise de variância ANOVA foi aplicada aos valores de  $N_{L//}$  e  $N_{L\perp}$  encontrados, com o objetivo de verificar se as médias  $\overline{N_{L//}}$  e  $\overline{N_{L\perp}}$  são significativamente próximas ou não. Através desta análise é possível verificar se as variações do grau de bandeamento apresentada é estatisticamente significativa ou não.

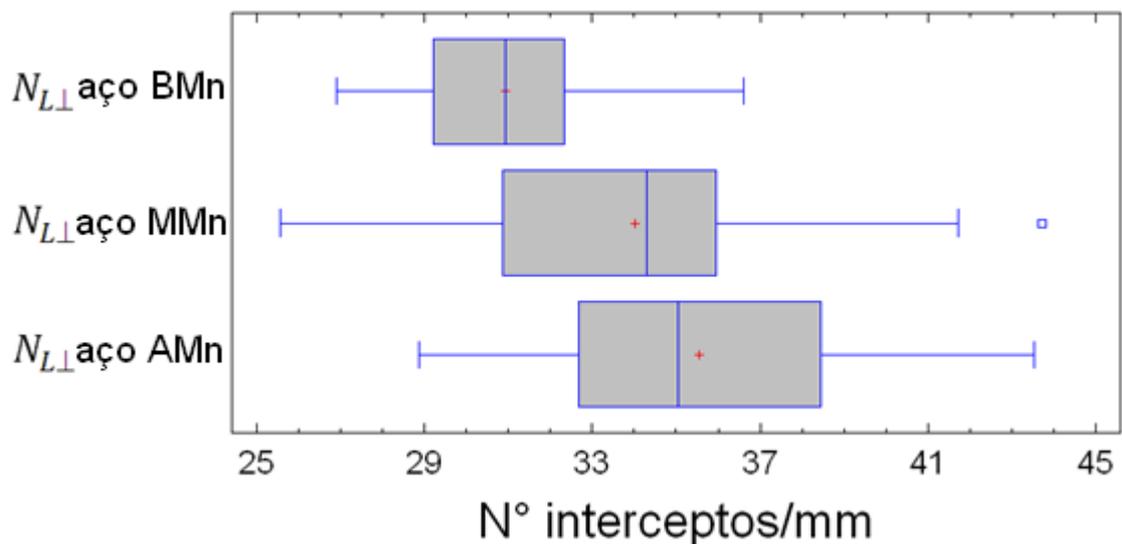


Figura 5.17 - Diagrama de caixas construído utilizando-se os valores de  $N_{L\perp}$ .

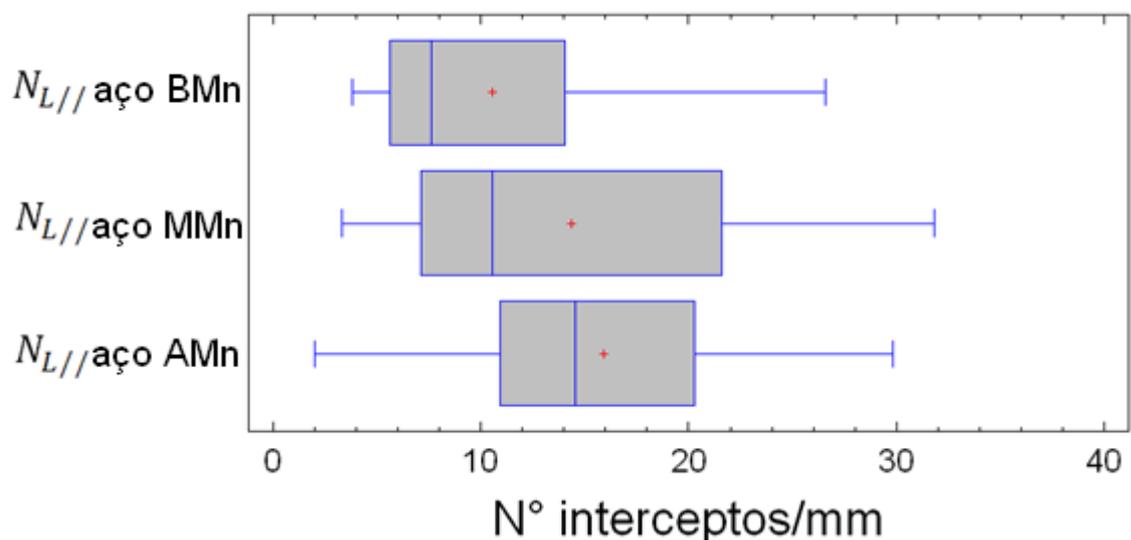


Figura 5.18 - Diagrama de caixas construído utilizando-se os valores de  $N_{L//}$ .

A análise de variância ANOVA é um teste estatístico que visa fundamentalmente verificar se existe diferença significativa entre médias de populações, e se os fatores exercem influência em alguma variável dependente.

Conforme TRIOLA (2005) há três suposições básicas que devem ser satisfeitas para que se possa aplicar a análise de variância:

1. As amostras devem ser aleatórias e independentes.
2. As amostras devem ser extraídas de populações normais ou aproximadamente normais
3. Os tamanhos amostrais devem ser iguais (ou quase iguais), e as variâncias devem diferir por quantidades que tornem a maior até nove vezes a menor, e os resultados da ANOVA, ainda assim, serão essencialmente confiáveis. Para STEVENSON (1978), esta regra prática é válida para uma diferença de até dez vezes entre a maior e a menor variância.

Após verificar que as amostras estudadas atendem as três suposições mencionadas, o teste de hipótese ANOVA, utilizando fator único, foi aplicado duas vezes com as seguintes hipóteses nulas:

$H_0$ : As médias  $\overline{N_{L//}}$  para as três corridas não são significativamente diferentes.

$H_0$ : As médias  $\overline{N_{L\perp}}$  para as três corridas não são significativamente diferentes.

Conforme resultados apresentados nas tabelas X10 e X11 verificou-se em ambos os casos que a hipótese nula é rejeitada com um nível de confiança de 97,5%. Logo, as variações observadas nos valores de grau de bandejamento e índice de anisotropia, em função da alteração de composição química, são estatisticamente significativas pelo menos para uma das três composições químicas testadas.

Conforme resultados apresentados nas tabelas X11 a X17, após repetir o teste ANOVA nas amostras agrupadas duas as duas, foi possível perceber que houve variações significativas entre as médias de  $\overline{N_{L//}}$  ou  $\overline{N_{L\perp}}$  para os três aços estudados.

Conforme resultado do teste ANOVA, a redução do grau de bandejamento com o aumento do teor de Mn foi estatisticamente significativa.

Além da composição química, as condições de resfriamento a partir da fase austenítica influenciam no grau de bandejamento dos aços. No caso desses aços, a temperatura de acabamento ocorreu na fase austenítica, com posterior resfriamento ao ar. Por sua vez essa condição de resfriamento é similar a que ocorre no tratamento térmico de normalização. Dessa forma, o emprego do tratamento térmico de normalização para estes aços pode também estar vinculada à minimização da quantidade de constituintes de baixa temperatura de transformação, que favorece a tenacidade.

O bandejamento microestrutural pode ser influenciado tanto pelo carbono quanto pelo Mn, assim tomando-se como base a relação entre estes elementos nos aços avaliados a tabela V.7 apresenta a relação de C/Mn para cada um dos aços.

Tabela V.7 - Relação C/Mn, teores de C e Mn e grau de bandejamento de cada aço.

<b>Aço</b>	<b>C/Mn</b>	<b>C (%)</b>	<b>Mn (%)</b>	<b>Grau de bandejamento ± σ</b>
BMn	0,18	0,16	0,90	0,55 ± 0,10
MMn	0,12	0,14	1,21	0,48 ± 0,03
AMn	0,09	0,13	1,51	0,46 ± 0,04

Com a redução no teor de C o grau de bandejamento dos aços diminuiu, sendo que este mesmo aspecto foi verificado pelo aumento do teor de Mn. Logo, pode-se inferir que o carbono teve um efeito sobre o bandejamento mais efetivo que o Mn. A fim de avaliar o efeito conjunto desses elementos no grau de bandejamento, optou-se por analisar a razão entre seus teores, e verificou-se que quanto maior for o valor desta relação maior será o grau de bandejamento, figura 5.19.

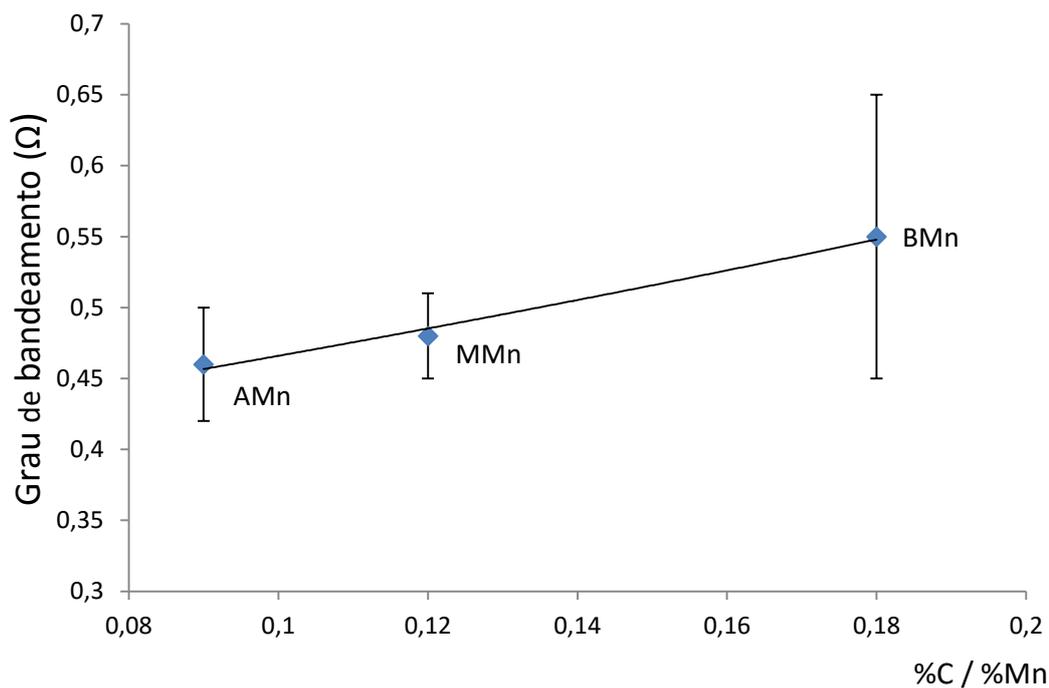


Figura 5.19 - Gráfico do grau de bandeamento obtido em função da relação  $\%C / \%Mn$ .

### 5.3 Propriedades mecânicas em tração

Os valores das propriedades mecânicas em tração das amostras retiradas das chapas provenientes de cada um dos aços são mostrados na tabela V.8, e a amplitude dos patamares de escoamento são mostradas na tabela V.9. A figura 5.20 mostra a representação gráfica dos valores de LE e LR de cada aço.

Tabela V.8 - Propriedades mecânicas obtidas através do ensaio de tração.

Corridas	LE <sup>(a)</sup> (MPa)		LR <sup>(b)</sup> (MPa)		AL (%) <sup>(c)</sup>	
	Valores individuais	Média $\pm \sigma$	Valores individuais	Média $\pm \sigma$	Valores individuais	Média $\pm \sigma$
BMn	318 - 331 - 330	326 $\pm$ 7	495 - 497 - 495	496 $\pm$ 1	35,0 - 35,0 - 36,5	35,5 $\pm$ 0,9
MMn	360 - 357 - 349	355 $\pm$ 6	524 - 522 - 515	520 $\pm$ 5	32,3 - 37,2 - 37,3	35,6 $\pm$ 2,9
AMn	321 - 319 - 319	320 $\pm$ 1	569 - 572 - 572	571 $\pm$ 2	34,9 - 22,1 - 33,4	30,1 $\pm$ 7,0
Especificação ASTM-A516-70	$\geq 260$		485 a 620		21(d)	

a) LE: Limite de escoamento; b) Limite de resistência; c) Alongamento percentual medido na base de medida de 25 mm; d) Alongamento percentual medido com base de medida de 50 mm.

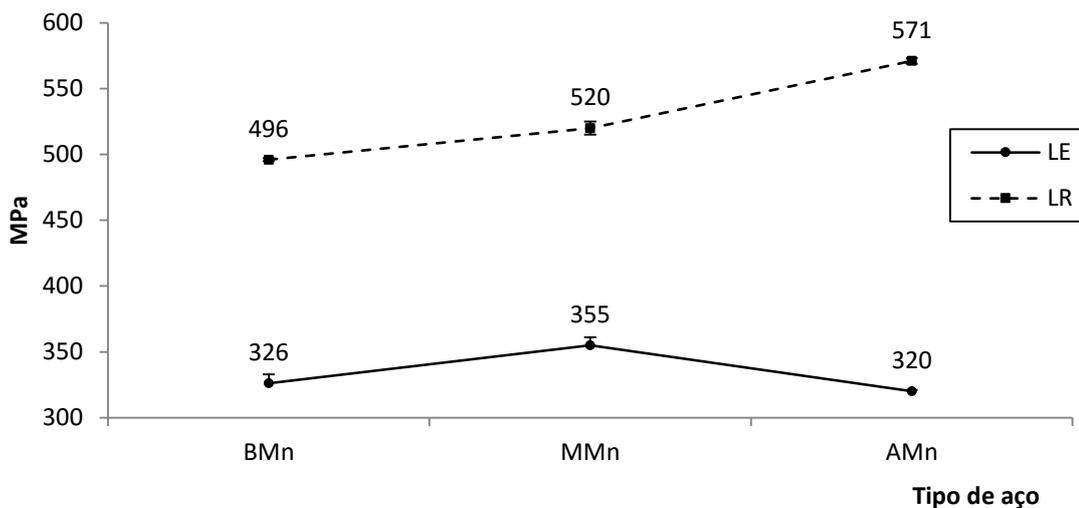


Figura 5.20 - Limite de escoamento e resistência de cada aço.

Tabela V.9 - Amplitude dos patamares de escoamento obtidos nos ensaios de tração.

Aço	Amplitude do patamar de escoamento (%)	
	Valores individuais	Média $\pm \sigma$
BMn	1,7 - 2,1 - 1,8	1,9 $\pm$ 0,2
MMn	2,0 - 2,0 - 2,0	2,0 $\pm$ 0,0
AMn	0,3 - 0,2 - 0,4	0,3 $\pm$ 0,1

No presente estudo, devido à largura reduzida das chapas, utilizou-se corpos de prova *small-size* com base de medida de 25 mm, porém, proporcional ao especificado pela ASTM-A516 (2006).

Verifica-se que os limites de escoamento e resistência e os alongamentos percentuais médios e individuais obtidos atenderam a especificação da norma ASTM-A516 (2006) grau 70.

De forma geral, não se verificou uma relação direta entre LE e o tamanho de grão dos aços, figura 5.21.

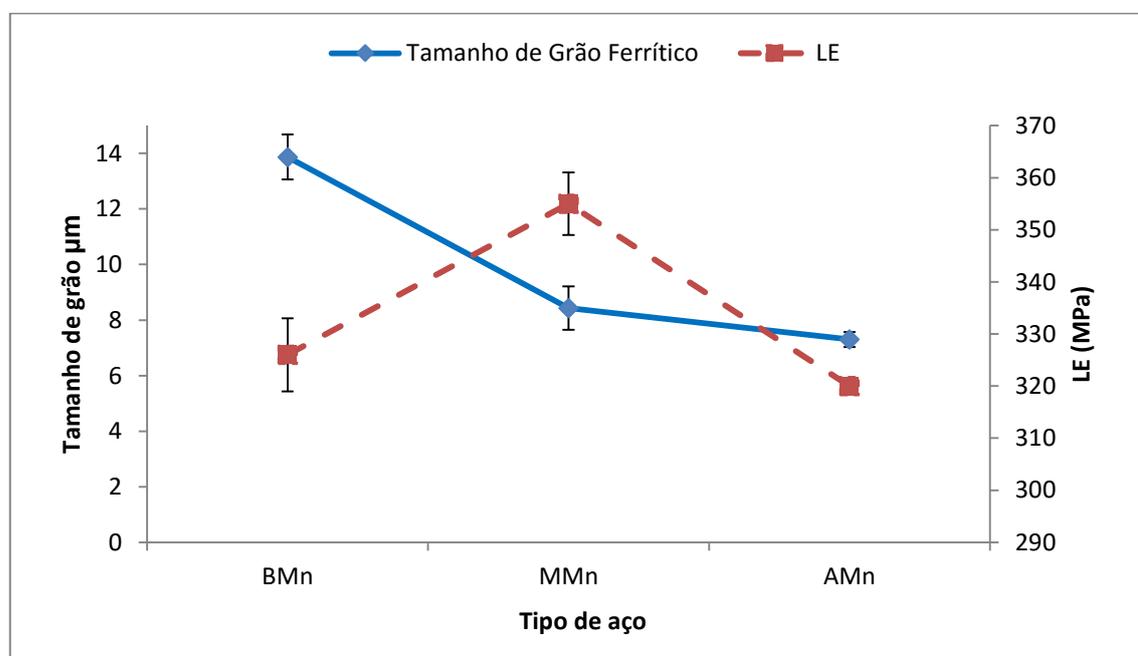


Figura 5.21 - Representação esquemática do tamanho de grão ferrítico e do limite de escoamento de cada um dos aços.

O aço BMn apresentou um menor LE comparativamente ao MMn, devido a seu maior tamanho de grão. Por sua vez, a diferença entre os limites de escoamento dos aços MMn e AMn não pode ser justificável por esta variável. O aço AMn teve menor tamanho de grão, porém seu LE foi menor dentre todos os aços avaliados. O mais baixo limite de escoamento do aço AMn pode ser, por sua vez, justificado pelo menor patamar de escoamento observado em sua curva de tração. Os comprimentos de patamar de escoamento e limites de escoamento de cada aço são mostrados esquematicamente na figura 5.22.

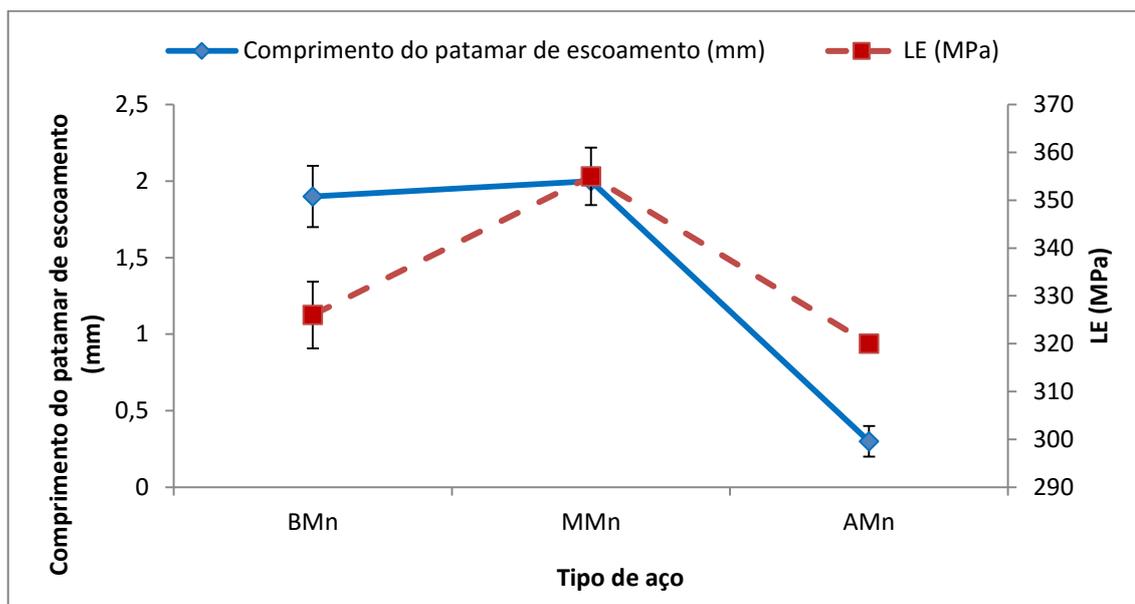


Figura 5.22 - Representação esquemática do comprimento do patamar de escoamento e do limite de escoamento de cada um dos aços.

A ocorrência de patamar de escoamento está associada à presença de elementos intersticiais em solução sólida causando o bloqueio à movimentação das deslocações pela formação das atmosferas de Cottrell. Desta forma, o menor patamar de escoamento resultou em um inferior limite de escoamento para este aço.

Destaca-se também que constituintes de baixa temperatura de transformação quando formados em regiões contendo ferrita geram deslocações móveis nas interfaces. Desta forma, para pequenas deformações, deformações plásticas locais ocorrem devido à abundância de deslocações móveis nessas interfaces, resultando em escoamento contínuo, exclusivamente nos grãos de ferrita. Depois desta fase inicial, o movimento das deslocações é impedido pelos constituintes de baixa temperatura de transformação, resultando num rápido aumento na densidade de deslocações. Como resultado, o tamanho efetivo das ilhas de deslocações em torno desses constituintes irá aumentar, e provocar acúmulo de tensão nestas áreas, elevando o coeficiente de encruamento (ROCHA, 2004). Logo, a presença desses tais constituintes em maior quantidade no aço AMn, como mostrado na figura 5.13, pode conjuntamente com o exposto no parágrafo anterior justificar o menor LE deste aço.

O limite de resistência pode ser descrito pela fração volumétrica das fases nos aços e suas respectivas durezas. Assim a maior dureza da ferrita do aço AMn e a presença de

microconstituintes de baixa temperatura de transformação em maior quantidade justificam seu maior LR, figura 5.23. Esses mesmos aspectos justificam o mais baixo alongamento deste aço.

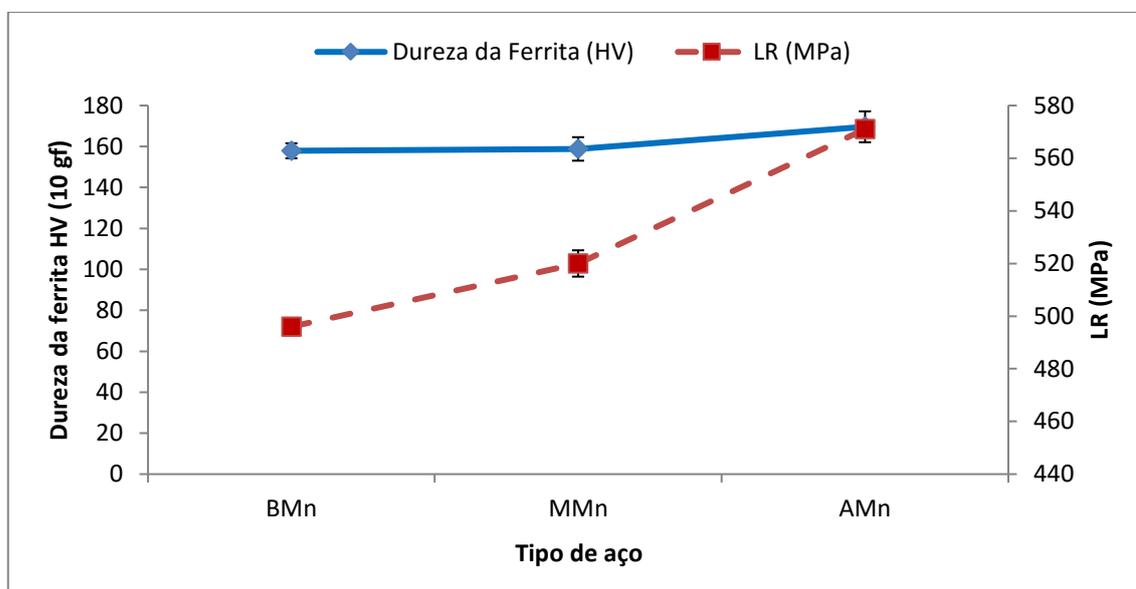


Figura 5.23 - Representação da dureza Vickers com carga de 10gf do constituinte ferrita e do limite de resistência de cada um dos aços.

#### 5.4 Ensaios de dureza

Os valores de dureza medidos ao longo da espessura de amostras das três corridas são vistos na tabela V.10. As impressões de dureza foram espaçadas em aproximadamente 2 mm a partir das superfícies das amostras.

Tabela V.10 - Valores de dureza das amostras medidas ao longo de sua espessura.

Impressão	Dureza Vickers (HV 1Kgf)		
	Corrida BMn	Corrida MMn	Corrida AMn
1	144	146	163
2	142	142	157
3	140	153	160
4	140	145	162
5	138	145	150
6	140	145	159
7	139	157	165
8	135	147	159
9	140	147	169
Média $\pm \sigma$	140 $\pm$ 2	147 $\pm$ 5	160 $\pm$ 5

Verifica-se que houve homogeneidade de dureza ao longo da espessura das três chapas, figura 5.24, e ainda que a dureza média dos aços reduziu-se com seu teor de Mn, assim como se verificou para o limite de resistência.

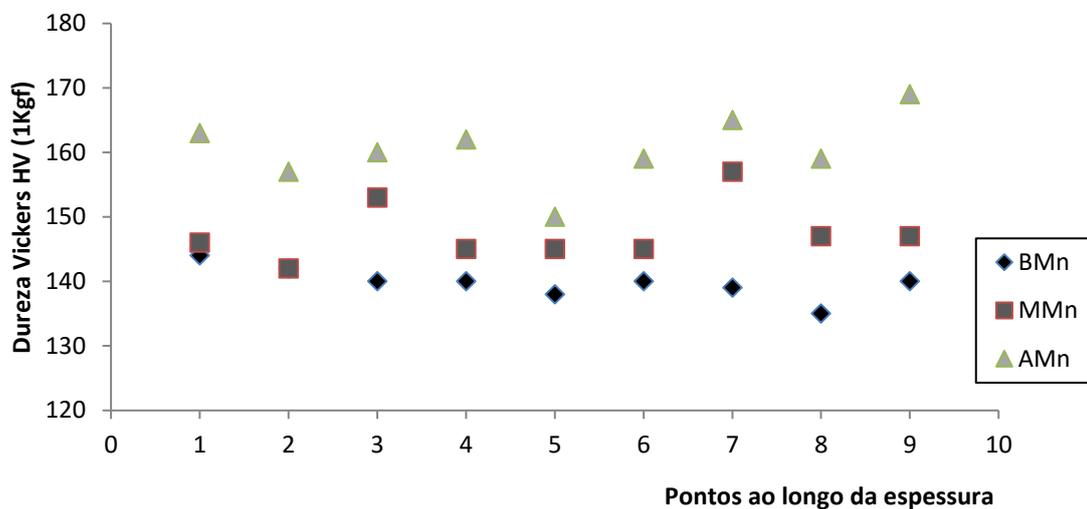


Figura 5.24 - Perfil de dureza Vickers com carga de 1Kgf para os aços BMn, MMn e AMn.

### 5.5 Tenacidade a fratura

Os valores de energia absorvidas no ensaio Charpy, em função da temperatura de ensaio, estão apresentados na tabela V.11. A Figura 5.25 apresenta a curva de transição frágil / dúctil construída com os dados dessa tabela.

Tabela V.11 - Valores de energia absorvidas no ensaio Charpy em função da temperatura de ensaio.

<b>Aço BMn</b>	<b>0°C</b>	<b>-20°C</b>	<b>-46°C</b>	<b>-60°C</b>	<b>-80°C</b>
Energia 1 (J)	233	156	109	14	10
Energia 2 (J)	216	135	77	14	8
Energia 3 (J)	223	167	77	11	15
Energia média (J) $\pm \sigma$	224 $\pm$ 8,5	153 $\pm$ 16,2	77 $\pm$ 18,4	13 $\pm$ 1,7	11 $\pm$ 3,61
<b>Aço MMn</b>	<b>0°C</b>	<b>-20°C</b>	<b>-46°C</b>	<b>-60°C</b>	<b>-80°C</b>
Energia 1 (J)	291	251	137	153	65
Energia 2 (J)	301	242	212	96	100
Energia 3 (J)	284	230	217	131	37
Energia média (J) $\pm \sigma$	292 $\pm$ 8,5	241 $\pm$ 10,5	220 $\pm$ 44,8	142 $\pm$ 28,7	64 $\pm$ 31,6
<b>Aço AMn</b>	<b>0°C</b>	<b>-20°C</b>	<b>-46°C</b>	<b>-60°C</b>	<b>-80°C</b>
Energia 1 (J)	273	227	228	130	114
Energia 2 (J)	322	238	219	119	31
Energia 3 (J)	323	232	230	184	48
Energia média (J) $\pm \sigma$	306 $\pm$ 28,6	232 $\pm$ 5,5	225 $\pm$ 5,9	144 $\pm$ 34,8	64 $\pm$ 43,8
<b>Especificação ASTM-A516-70</b>	-	-	$\geq$ 20	-	-

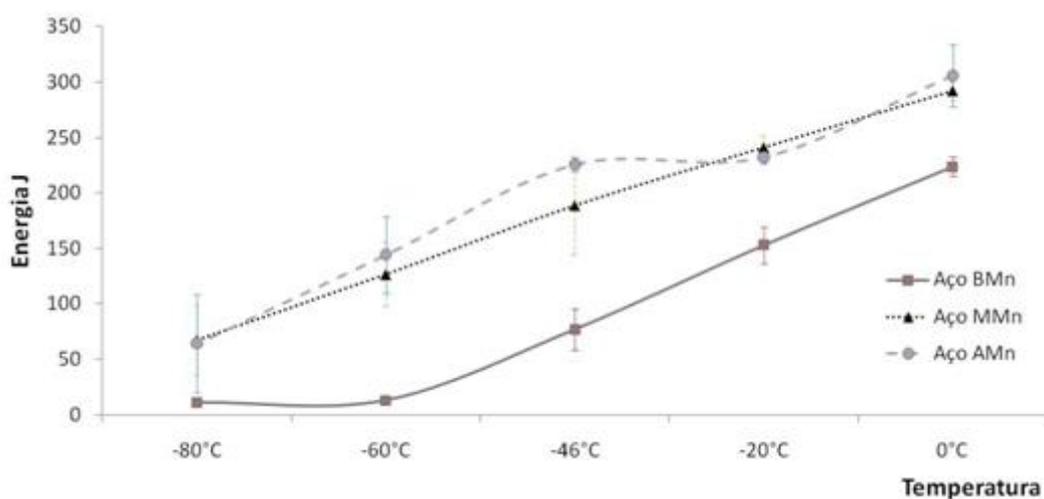


Figura 5.25 - Curvas de transição frágil / dúctil obtida através de ensaios de impacto Charpy para os aços BMn, MMn e AMn.

Observa-se na tabela V.11 e na figura 5.25 que os aços com maiores teores Mn e menores teores de C exibiram maior tenacidade. Este fato está de acordo com a literatura, uma vez que o Mn reduz a temperatura  $A_{R3}$  gerando grãos ferríticos menores, como mostrado no item 5.2.1.4 o tamanho de grão ferrítico reduziu em 39,22% da corrida BMn para a MMn e em 47,37% da corrida BMn para a AMn.

Além disso, observa-se que as corridas MMn e AMn apresentaram tenacidade a fratura similares em toda a faixa de temperatura avaliada. Supõe-se que o fato de não se observar um aumento significativo da energia absorvida no ensaio Charpy, mesmo com a redução do tamanho de grão ferrítico, é atribuído a maior presença de martensita e/ou constituintes MA que os demais e também a maior presença de Mn em solução sólida, comprovada pela maior dureza da ferrita destes aços, ambos os fatores desfavorecem a tenacidade.

Destaca-se também que com as temperaturas de ensaio selecionadas não foi possível conhecer o patamar superior de energia para a curva de transição mostrada na figura 5.25.

## **5.6 Susceptibilidade a HIC**

### **5.6.1 Ensaio de ultrassom C-Scan**

Na tabela V.12 são representados os resultados da avaliação por ultrassom C-Scan dos corpos de prova de ensaio HIC, após realização do ensaio conforme prática descrita no item 4.7, para os três aços.

Tabela V 12 - Resultados dos ensaios por ultrassom C-Scan realizados nos corpos de prova submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.

Aço	Corpo de prova	Resultado do ensaio de ultrassom
BMn	1	Isento
	2	Isento
	3	Isento
	4	Isento
	5	Isento
	6	Isento
MMn	1	Isento
	2	indicação
	3	Isento
	4	Isento
	5	indicação
	6	Isento
AMn	1	Isento
	2	indicação
	3	indicação
	4	indicação
	5	indicação
	6	indicação

Os mapas referentes a esse ensaio, mostrando a localização e profundidade das trincas, estão mostrados nas figuras 5.26 a 5.31.

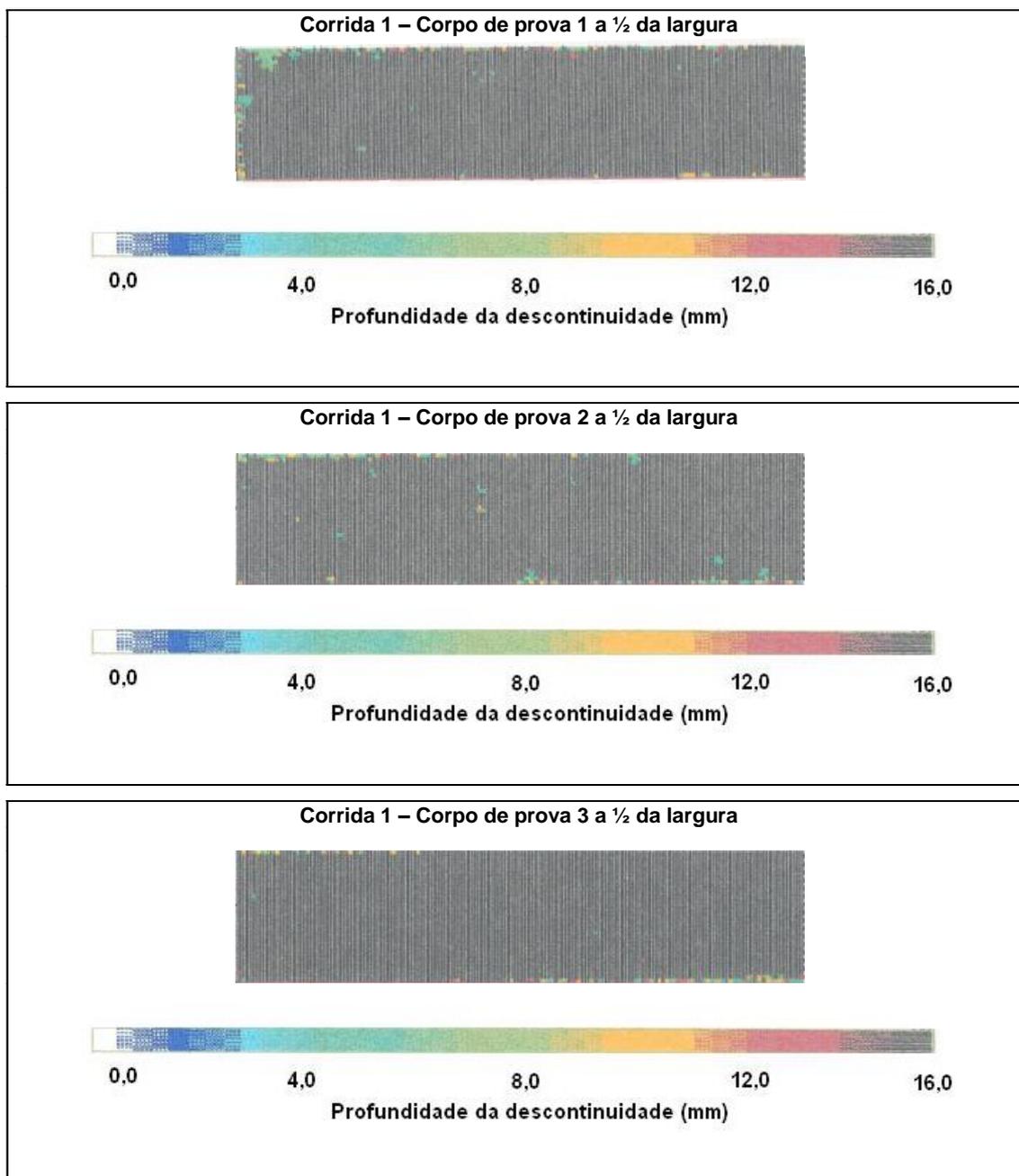


Figura 5.26 - Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a  $\frac{1}{2}$  da largura da chapa do aço BMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.

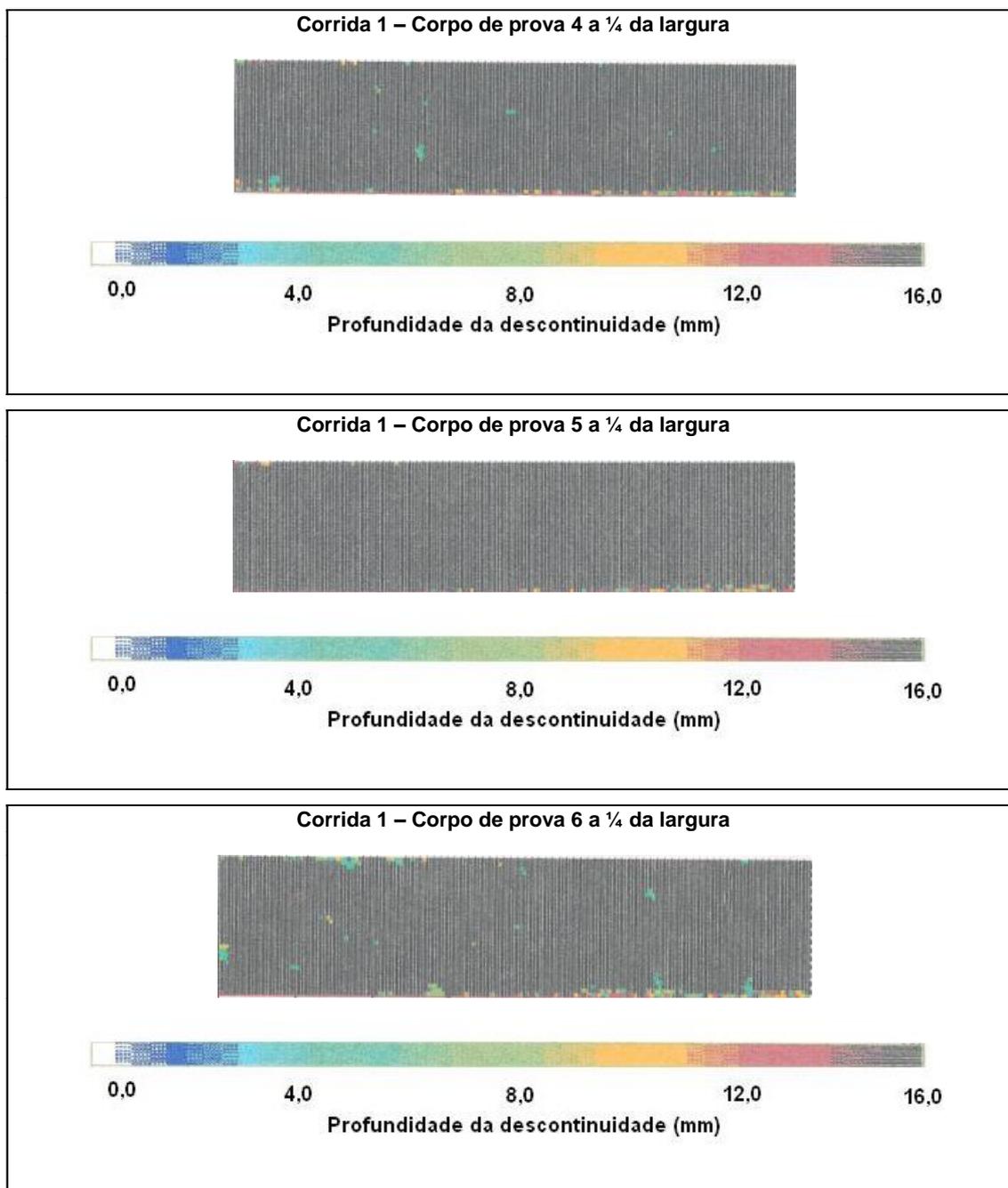


Figura 5.27 - Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a  $\frac{1}{4}$  da largura da chapa do aço BMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.

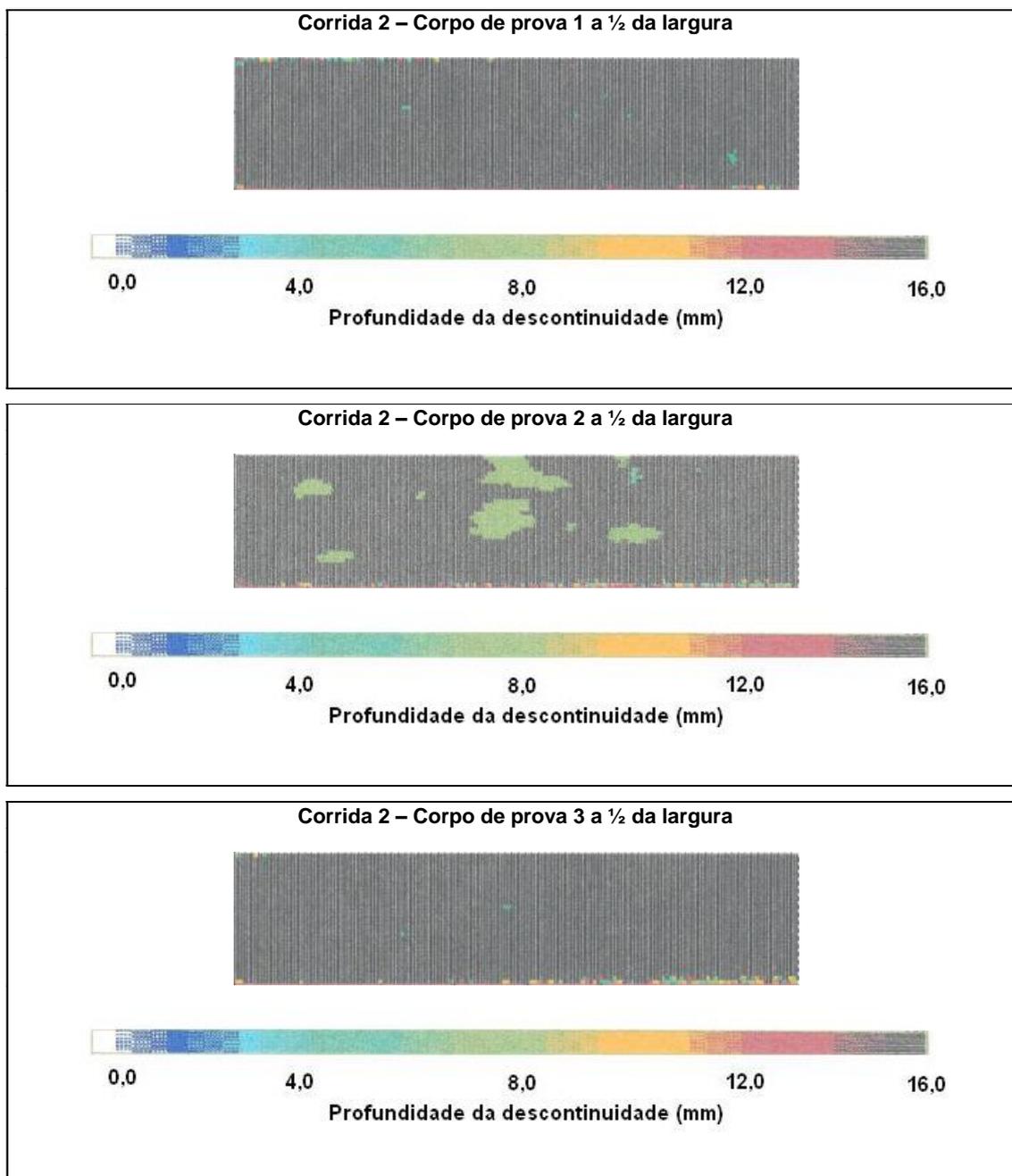


Figura 5.28 - Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a  $\frac{1}{2}$  da largura da chapa do aço MMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.

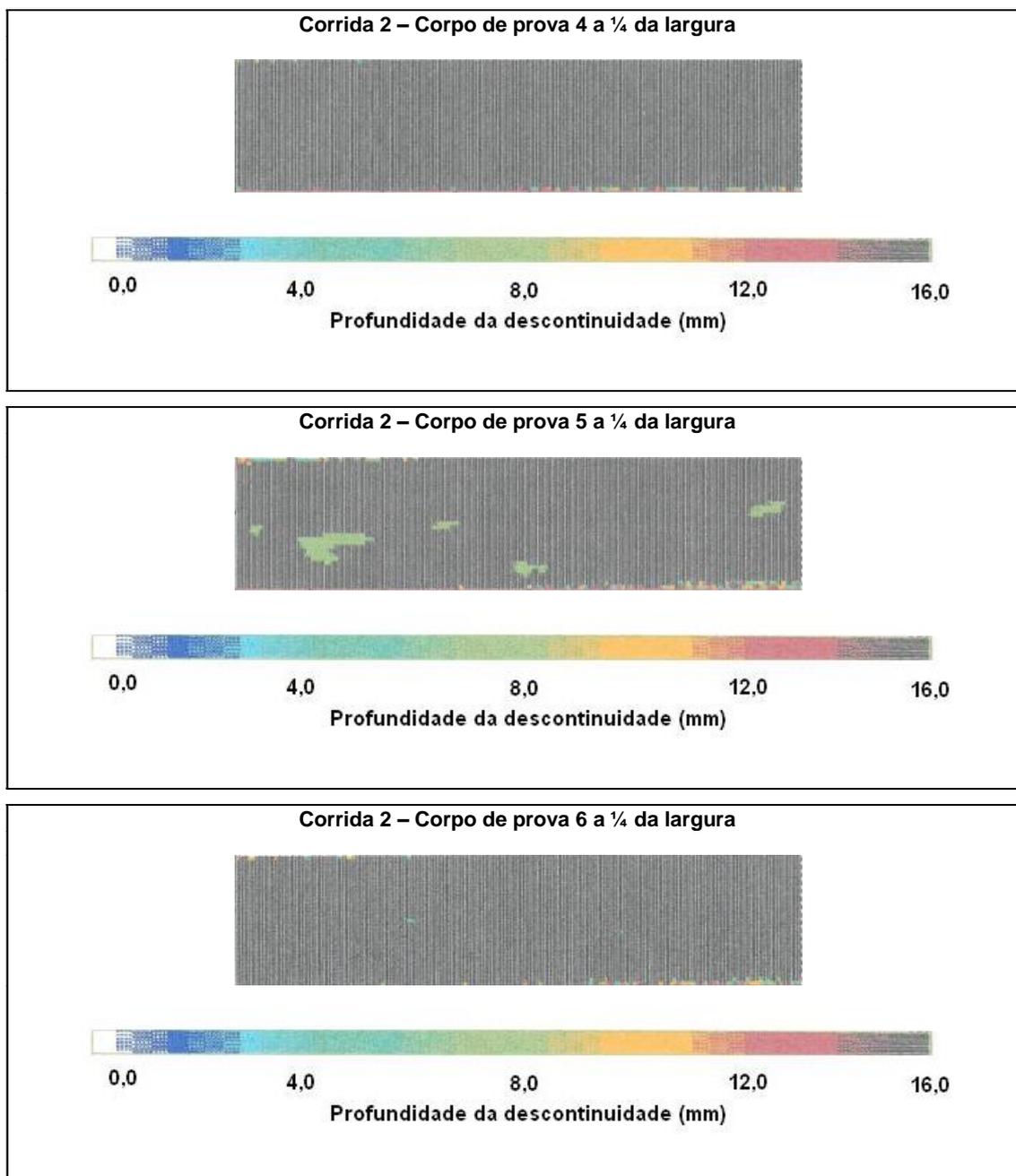


Figura 5.29 - Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a  $\frac{1}{4}$  da largura da chapa do aço MMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.

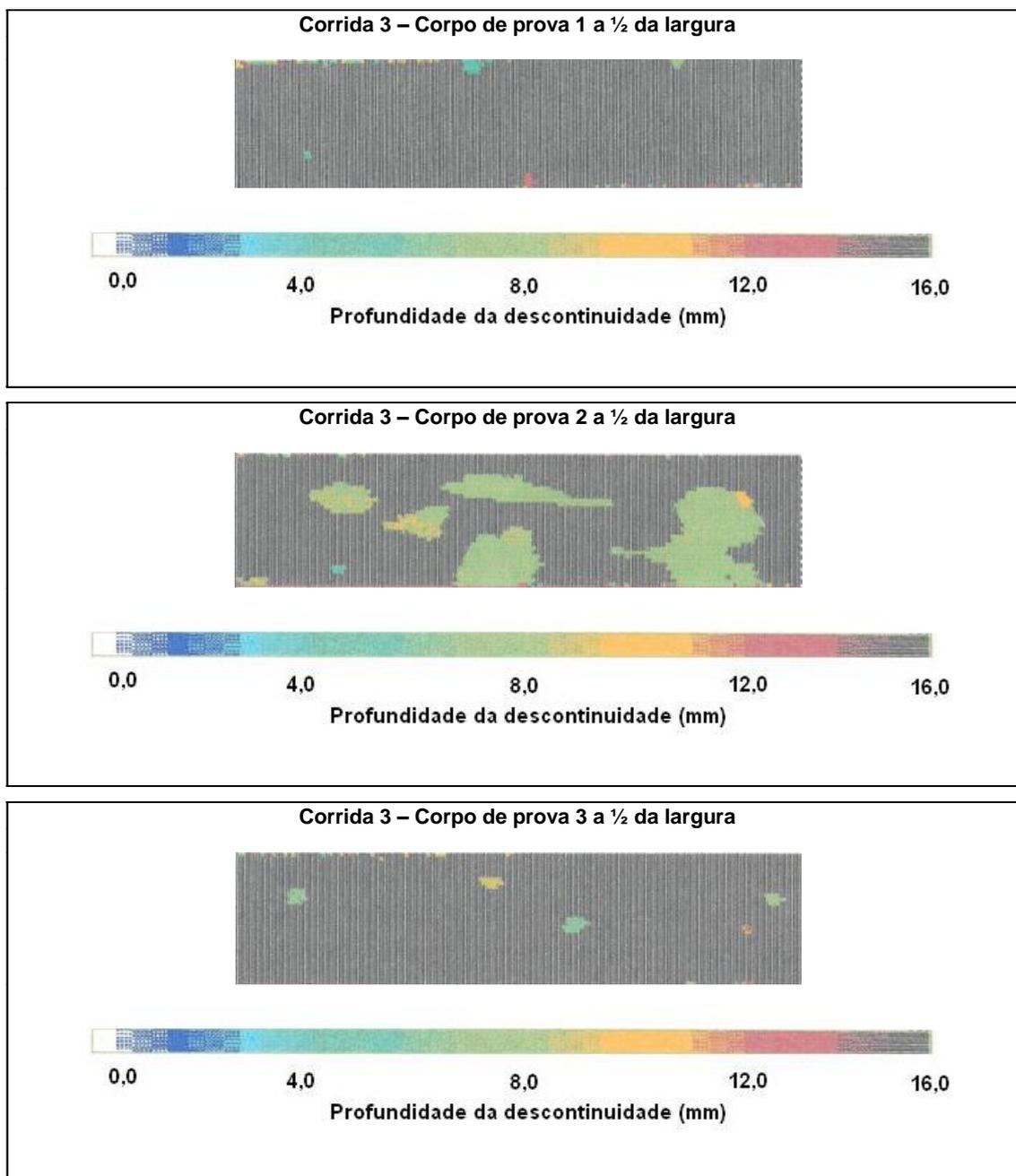


Figura 5.30 - Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a  $\frac{1}{2}$  da largura da chapa do aço AMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.

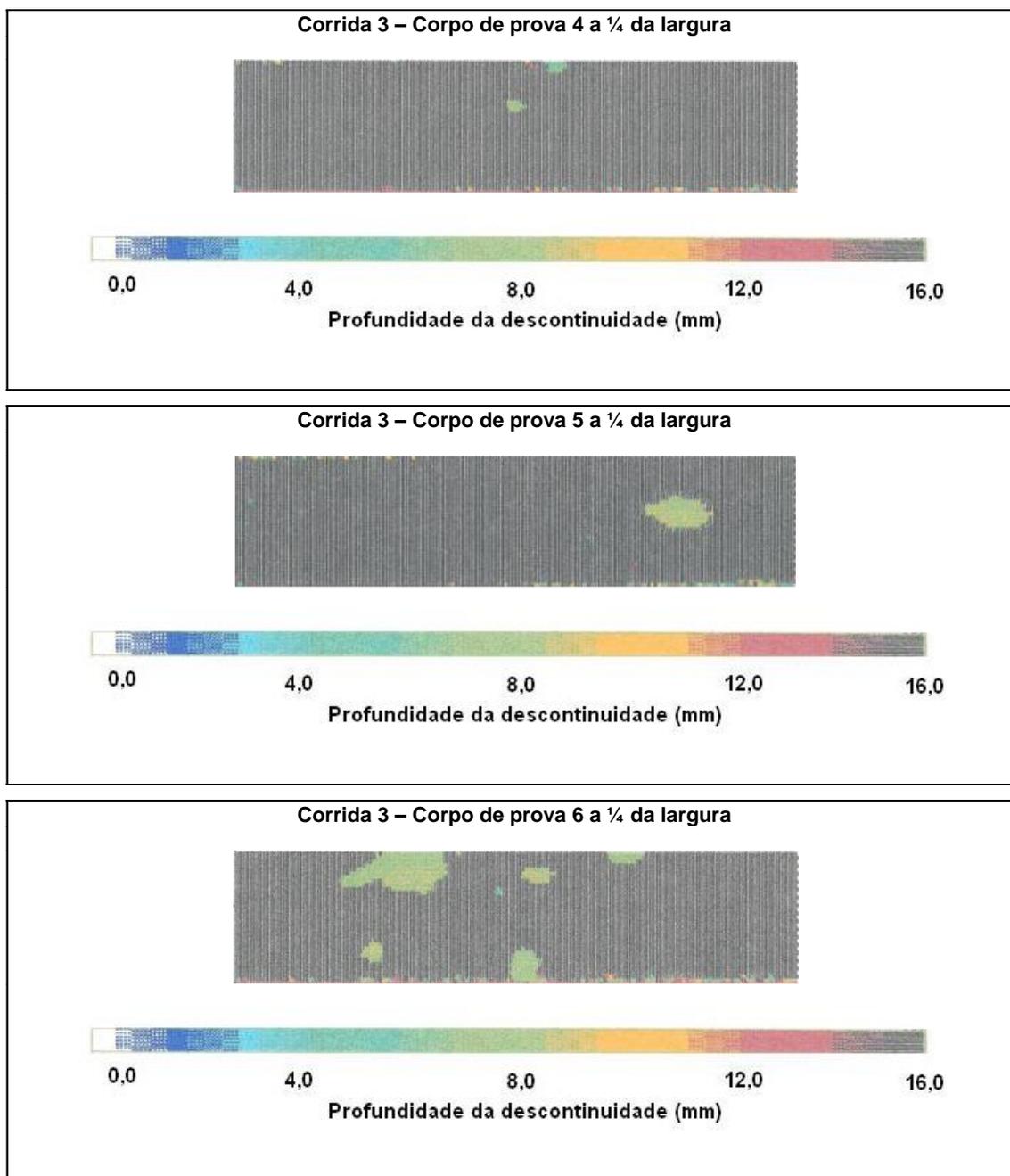


Figura 5.31- Mapas de ensaio por ultrassom C-Scan dos corpos de prova retirados a ¼ da largura da chapa do aço AMn e submetidos ao ensaio de susceptibilidade a HIC.

Conforme se verifica na tabela V.12, não houve indicação de trincas, após ensaio de susceptibilidade a HIC, nos corpos de prova do aço BMn, tanto para os corpos de prova retirados a um quarto, quanto para os retirados na metade da largura da chapa. Dois corpos de prova do aço MMn exibiram indicação de trincas HIC, um corpo de prova retirado a um quarto e outro retirado no centro da largura. Exceto um corpo de prova do aço AMn retirado a um quarto da largura, todos os outros apresentaram indicação de trincas HIC no ensaio por ultrassom C-Scan.

Conforme pode ser observado nos mapas de ultrassom C-Scan das figuras 5.27 a 5.30 as trincas HIC foram observadas predominantemente na metade da espessura dos corpos de prova. Esta observação certamente esta relacionada ao fato desta região apresentar maiores quantidades de sítios aprisionadores de hidrogênio, uma vez que é a região de menor limpidez e ainda com presença de constituintes de baixa temperatura de transformação, conforme pôde ser visto na figura 5.9.

Este comportamento foi explicado por LACHMUND (2000) e a figura 5.32 mostra a distribuição do hidrogênio contido em corpo de prova padronizado para ensaio de susceptibilidade a HIC, segundo a NACE-TM-0284 (2003), para vários tempos de exposição à solução A, e verifica-se que após um tempo suficientemente longo a primeira região a atingir a concentração crítica necessária para nuclear uma trinca é a região central do corpo de prova, uma vez que esta região exibe a maior quantidade de “armadilhas” aprisionadoras de hidrogênio.

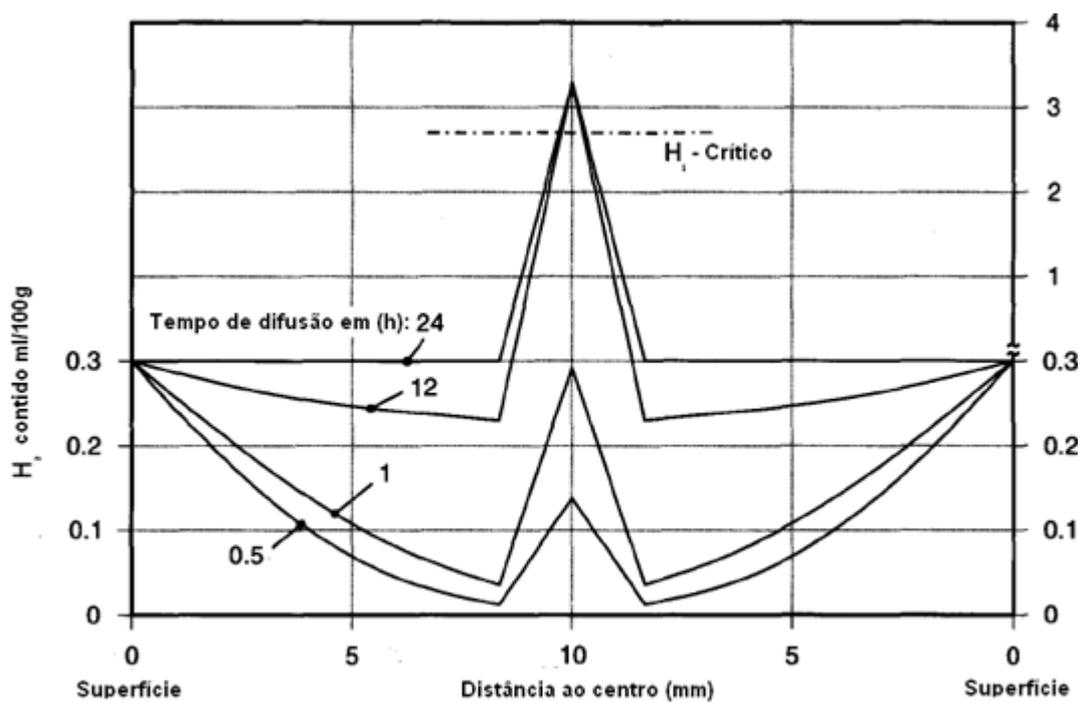


Figura 5.32 - Distribuição do hidrogênio contido em corpo de prova padronizado para ensaio de susceptibilidade a HIC, segundo a NACE-TM-0284 (2003), para vários tempos de exposição à solução saturada em  $H_2S$  (LACHMUND, 2000).

### 5.6.2 Valores de CLR, CTR e CSR

Na tabela V.13 são representados os resultados da quantificação das trincas HIC e dos parâmetros CLR, CSR e CTR, determinados após ensaio de susceptibilidade a HIC. Esta avaliação foi realizada somente nos corpos de prova que apresentaram indicações de trincas HIC no ensaio por ultrassom.

Tabela V.13 - Resultados da quantificação das trincas HIC e dos parâmetros CLR, CSR e CTR.

Aço	Corpo de prova HIC	Posição	Seção	CLR %	CLR % Médio	CTR %	CTR % Médio	CSR %	CSR % Médio
MMn	2	1/4 da largura	A	0,00	4,89	0,00	0,77	0,0000	0,03
			B	14,67		2,31		0,0910	
			C	0,00		0,00		0,0000	
MMn	5	1/2 da largura	A	0,00	1,74	0,00	0,39	0,0000	0,01
			B	3,15		0,88		0,0126	
			C	2,05		0,27		0,0056	
AMn	2	1/4 da largura	A	46,45	22,07	6,43	3,20	1,6851	0,66
			B	12,96		2,30		0,2307	
			C	6,81		0,88		0,0618	
AMn	3	1/4 da largura	A	0,00	0,00	0,00	0,00	0,0000	0,00
			B	0,00		0,00		0,0000	
			C	0,00		0,00		0,0000	
AMn	4	1/2 da largura	A	0,00	2,00	0,00	0,29	0,0000	0,01
			B	6,01		0,88		0,0300	
			C	0,00		0,00		0,0000	
AMn	5	1/2 da largura	A	0,00	13,81	0,00	1,65	0,0000	0,21
			B	18,07		1,96		0,2417	
			C	23,37		2,98		0,3907	
AMn	6	1/2 da largura	A	0,00	0,00	0,00	0,00	0,0000	0,00
			B	0,00		0,00		0,0000	
			C	0,00		0,00		0,0000	

Conforme se verificou no tópico anterior, todos os corpos de prova da corrida BMn, dois corpos de prova da corrida MMn e um corpo de prova da corrida AMn não apresentaram indicações de trincas no ensaio de ultrassom por imersão C-Scan. Sendo assim, esses corpos de prova serão considerados neste tópico como isentos de trincas HIC e com índices CLR %, CTR % e CSR% médios nulos.

Verificou-se que os corpos de prova 3 e 6 da corrida AMn não apresentaram trincas HIC no ensaio metalográfico, apesar de terem apresentado indicações no ensaio de ultrassom C-Scan. Esta observação é inerente a metodologia de avaliação proposta pela NACE-TM-0284 (2003), de determinação das trincas HIC apenas em três seções transversais dos corpos de prova, espaçadas de 25 mm, que pode coincidir com regiões livres de trincas. Porém, como o ensaio de ultrassom por imersão averigua 100% do volume do material, com excelente sensibilidade, é possível detectar trincas por ultrassom e posteriormente não as verificar na avaliação metalográfica. Logo, os índices CLR %, CTR % e CSR% médios nulos observados nestes corpos de prova não definem que não continham trincas, ou seja, as trincas existiam, porém não foram detectadas através do método de avaliação proposto pela NACE-TM-0284 (2003).

Os resultados dos percentuais de CLR, CSR e CTR dos corpos de prova dos aços são mostrados nas figuras 5.33 e 5.34. Nota-se que, de forma geral, independentemente da posição de retirada do corpo de prova, a redução do teor de Mn elevou a resistência a HIC dos aços. Esse resultado está relacionado à redução da quantidade de MA e/ou martensita na forma alinhada presente nas microestruturas dos três aços. O aço BMn foi totalmente isento de trincas.

A norma técnica da Petrobras N1706 (2007), freqüentemente utilizada para especificação de chapas de aço carbono para construção de vasos de pressão para serviços com H<sub>2</sub>S na indústria petroquímica brasileira, especifica valores de CLR % e CTR % máximos de 5% e 1,5% respectivamente, para material classe A, que corresponde ao nível mais alto de resistência a ambientes contendo H<sub>2</sub>S desta norma. Conforme a N1706 (2007) os aços das corridas BMn e MMn apresentaram índices CSR e CTR aceitáveis para enquadramento na classe A. Porém, vale destacar que os aços estudados neste trabalho foram produzidos em escala piloto, não sendo aços comerciais.

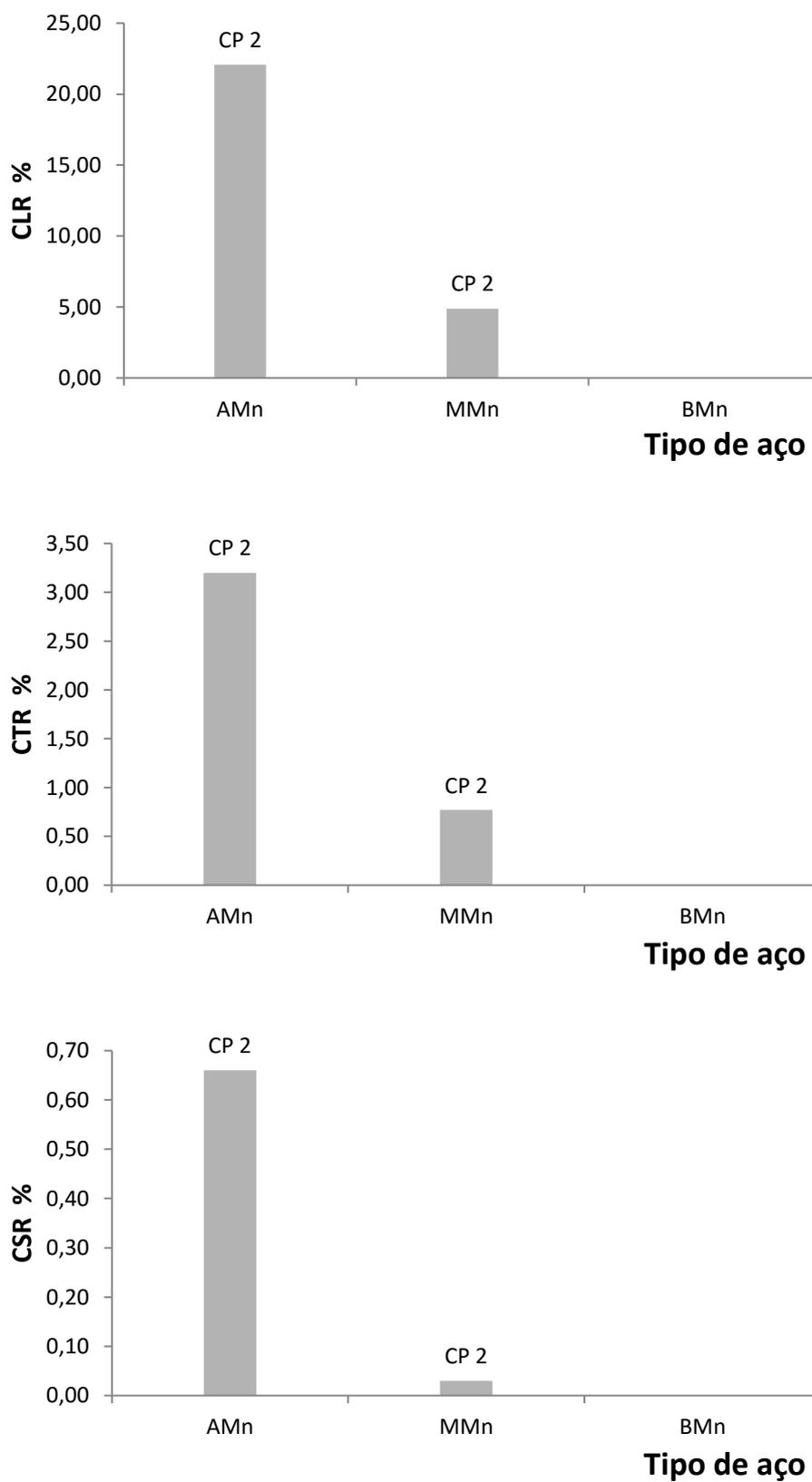


Figura 5.33 - Valores de CLR %, CTR % e CSR % para os corpos de prova amostrados a 1/4 da largura das chapas.

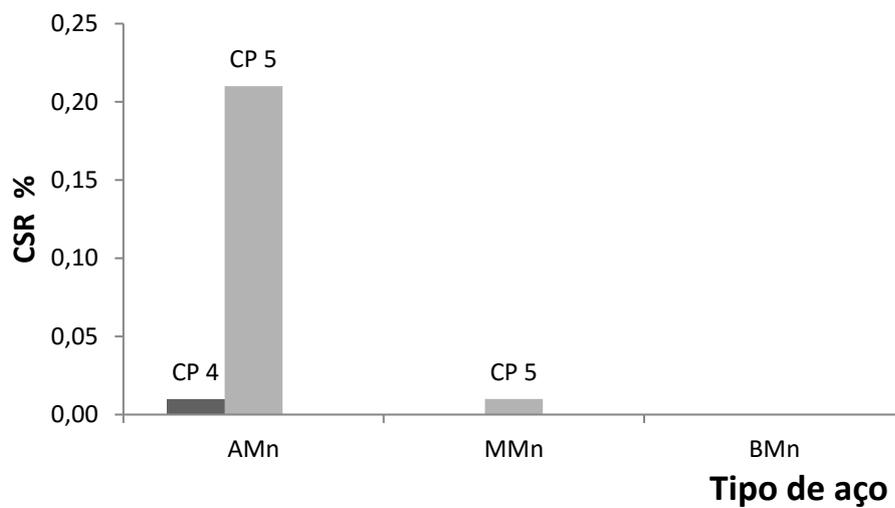
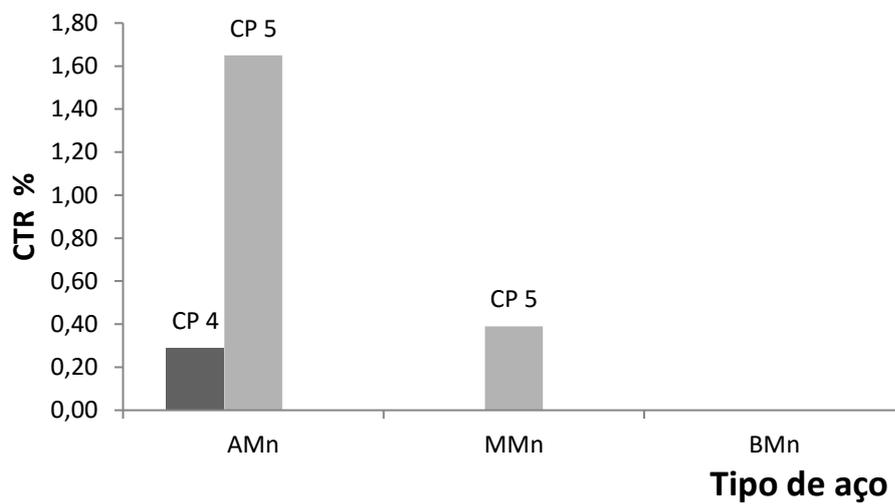
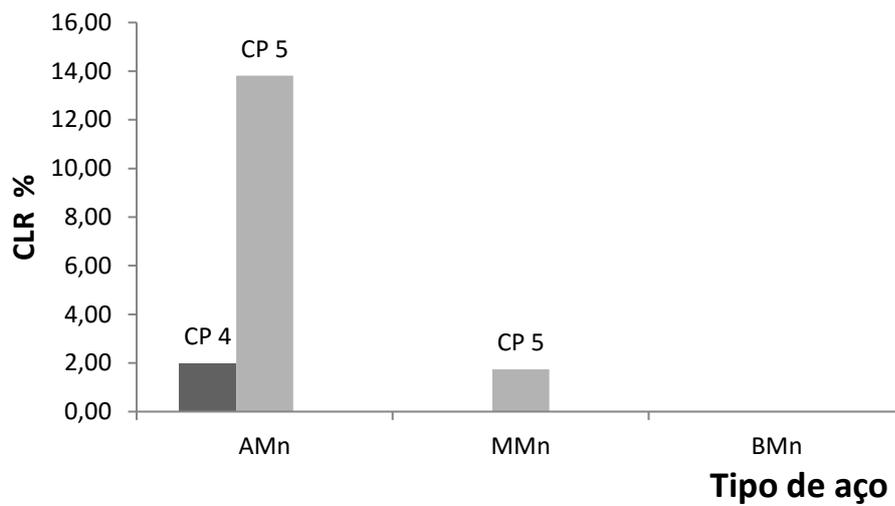


Figura 5.34 - Valores de CLR %, CTR % e CSR % para os corpos de prova amostrados a 1/2 da largura das chapas.

Considerando individualmente cada *set* de três corpos de prova por local de amostragem, a resistência ao trincamento entre cada corpo de prova do *set*, tanto para o aço AMn quanto MMn foi discrepante. Isso pode estar associado a variações microestruturais locais presentes nas regiões onde estes corpos de prova foram amostrados. Essas variações microestruturais locais presentes também podem justificar a maior susceptibilidade ao trincamento observada para os corpos de prova retirados a um quarto em relação aos do centro da largura.

Para ilustrar a discussão dos resultados obtidos no ensaio de susceptibilidade a HIC, selecionou-se uma seção contendo trincas de cada um dos corpos de prova, e as fotos de trincas destas seções estão representadas nas figuras 5.35 a 5.39 com 100 vezes de aumento.

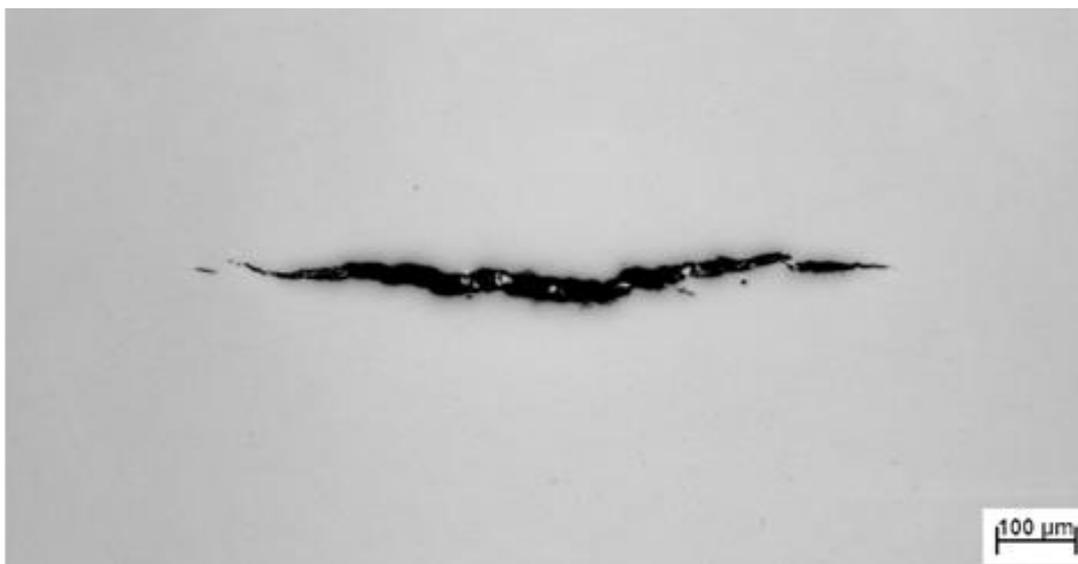


Figura 5.35 - Trinca HIC detectada na seção B do corpo de prova 2, do aço MMn, com ampliação de 100 vezes e sem ataque químico.

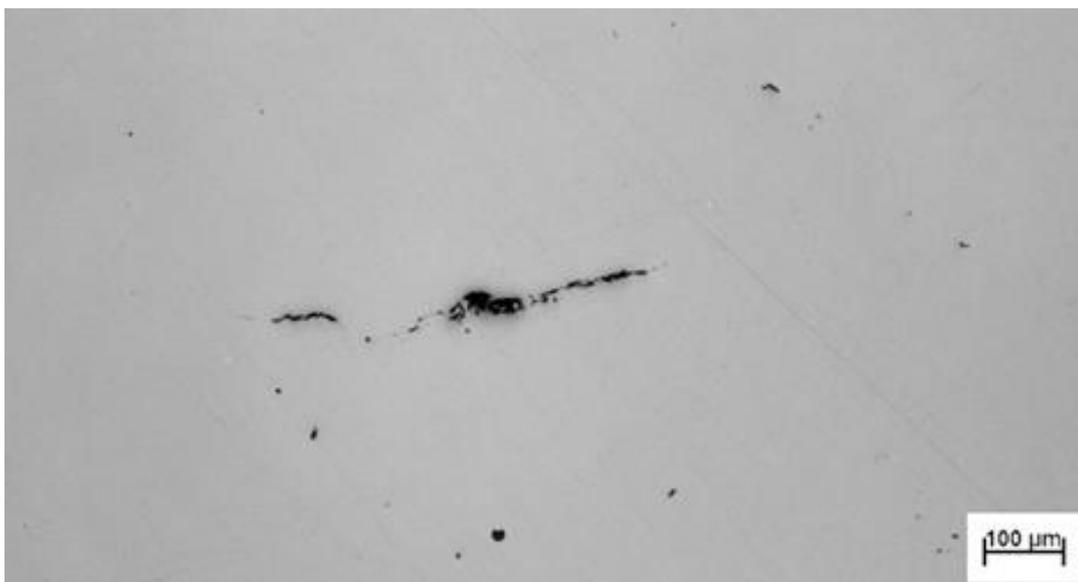


Figura 5.36- Trinca HIC detectada na seção B do corpo de prova 5, do aço MMn, com ampliação de 100 vezes e sem ataque químico.



Figura 5.37 - Trinca HIC detectada na seção A do corpo de prova 2, do aço AMn, com ampliação de 100 vezes e sem ataque químico.

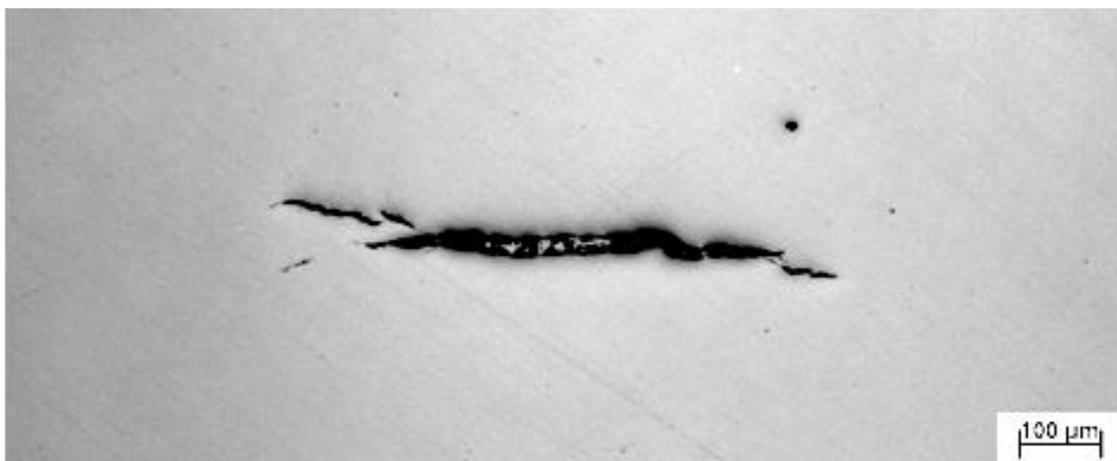


Figura 5.38 - Trinca HIC detectada na seção B do corpo de prova 4, do aço AMn, com ampliação de 100 vezes e sem ataque químico.

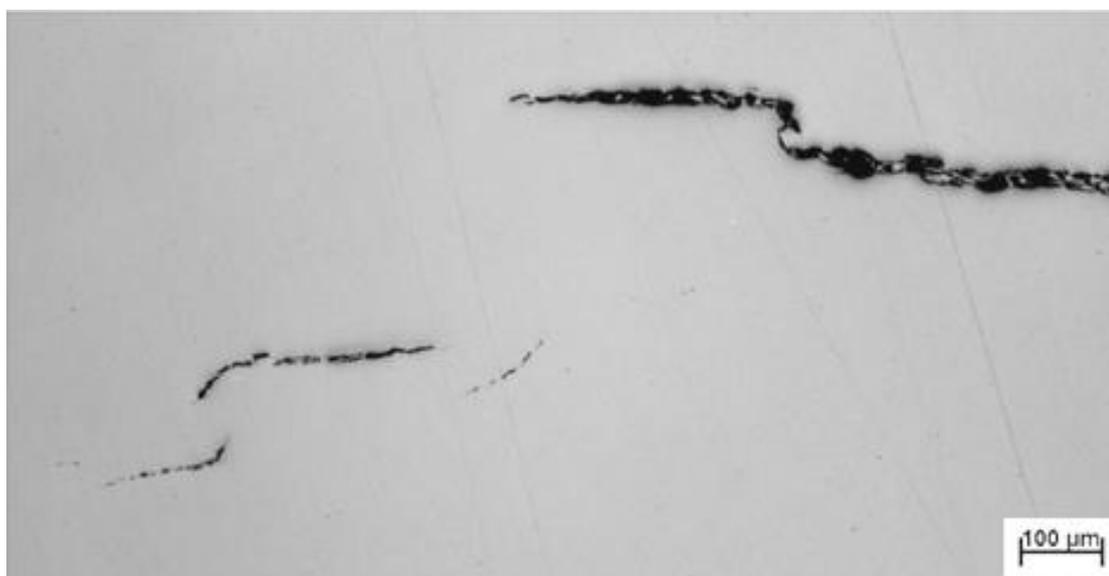


Figura 5.39 - Trinca HIC detectada na seção B do corpo de prova 5, do aço AMn, com ampliação de 100 vezes e sem ataque químico.

Como ilustrado nas figuras 5.35 a 5.39 as trincas apresentam morfologias de degraus (“Stepwise Cracking”), conforme observado por diversos autores e comentado no item 3.3

As figuras 5.40 e 5.41 mostram micrografias obtidas com ataque Nital com 4% de concentração de ácido nítrico e ampliação de 500 vezes, onde é possível identificar a microestrutura das regiões onde as trincas propagaram nos corpos de prova das corridas MMn e AMn.

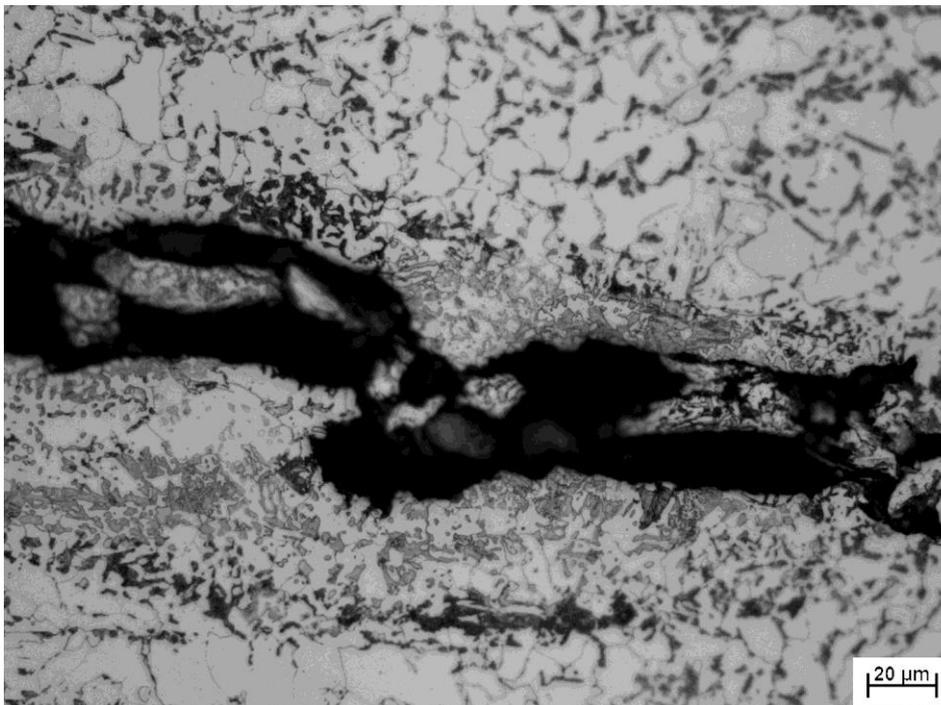


Figura 5.40 - Trinca HIC detectada na seção B do corpo de prova 2, do aço MMn, com ampliação de 500 vezes e ataque Nital 4%.

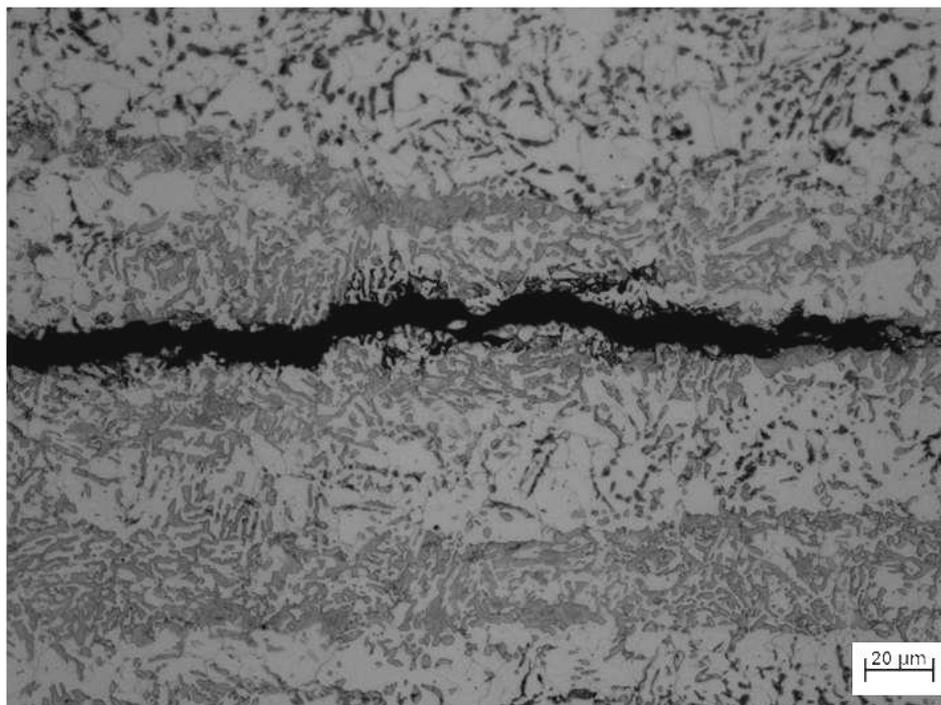


Figura 5.41 - Trinca HIC detectada na seção A do corpo de prova 2, do aço AMn, com ampliação de 500 vezes e ataque Nital 4%.

Verifica-se nas micrografias mostradas nas figuras 5.40 e 5.41, que as trincas propagaram em regiões de microestrutura típica de baixa temperatura de transformação. As figuras 5.42 e 5.43 mostram micrografias obtidas com ataque químico, reagente metabissulfito, em uma ampliação de 500 vezes, onde é possível identificar a presença de martensita e/ou constituintes MA na região onde as trincas propagaram nos corpos de prova dos aços MMn e AMn. Diversos autores, entre eles MIRANDA (1987) e CARNEIRO (1997), também observaram a ocorrência de trincas HIC em meio a estes microconstituintes.

Uma vez que as trincas HIC observadas nos corpos de prova dos aços MMn e AMn estão imersas em bandas de microestruturas de baixa temperatura de transformação contendo martensita e/ou constituintes MA, e que quanto maior a quantidade destes microconstituintes menor foi à resistência HIC, supõe-se que a nucleação das trincas esta relacionada a presença destes microconstituintes. Segundo MIRANDA (1987) microestruturas frágeis como a martensita não revenida apresentam menor concentração crítica de hidrogênio, e conseqüentemente, menor resistência a fragilização por hidrogênio.

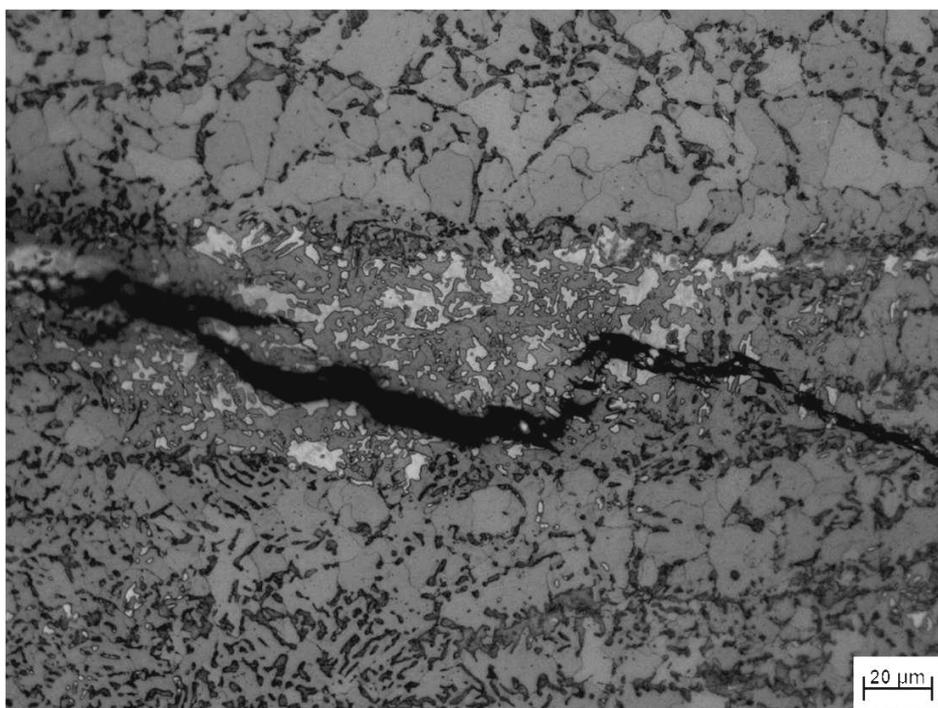


Figura 5.42 - Trinca HIC e microestrutura detectada na primeira seção do corpo de prova 2, do aço AMn, com ampliação de 500 vezes e metabissulfito.

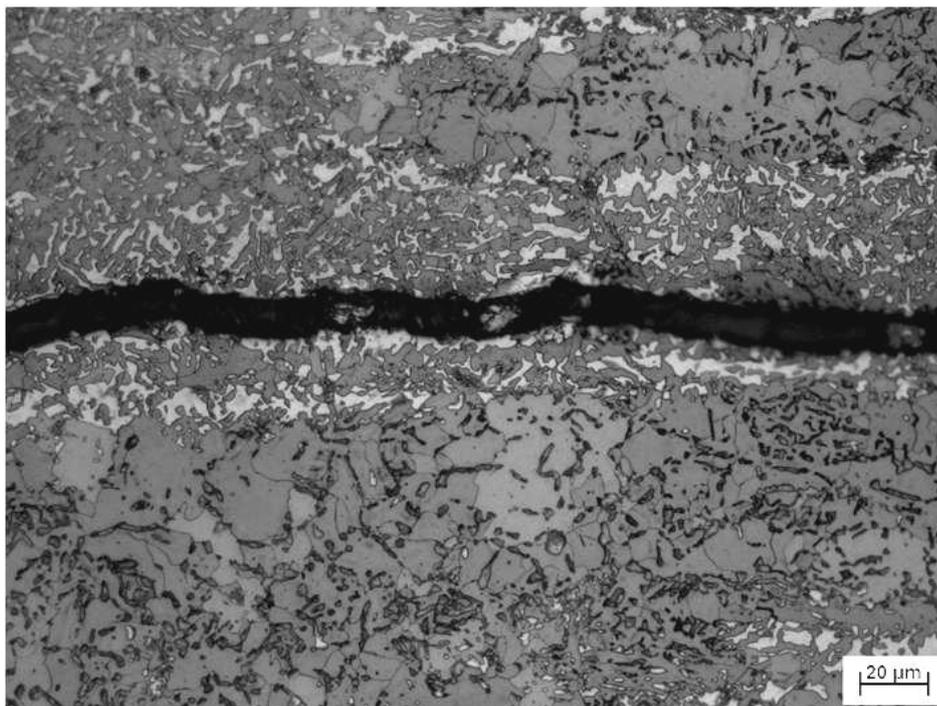


Figura 5.43 - Trinca HIC e microestrutura detectada na segunda seção do corpo de prova 2, do aço MMn, com ampliação de 500 vezes e metabissulfito.

A influência de partículas de MA e/ou martensita na resistência a HIC de aços já é relatada (SANTOS, O. J., et al, 2008, OLSON, D.L., et al, 2002). A presença desses constituintes, mesmo em aços processados por resfriamento acelerado, que possuem menores teores de elementos químicos em sua composição e também uma maior homogeneidade microestrutural em relação aos aços avaliados nesse estudo, é bastante nociva à resistência a HIC. Como exemplo, cita-se o emprego de um tratamento térmico *on-line* nas chapas após processamento do aço utilizado pela siderúrgica japonesa JFE (IKEDA, A., et al, 1977) para eliminar esse constituintes através da precipitação de carbonetos.

Na figura 5.44 podem ser vistas microestruturas de dois aços API X70 resistentes a HIC produzidos por resfriamento acelerado convencional (a) e também submetido ao tratamento térmico *on-line* citado (b). Comparando-as, percebe-se a eliminação do constituinte MA (indicados por setas na figura 5.44 (a)) no aço submetido ao tratamento térmico, uma vez que o enriquecimento da austenita pelo carbono, o que estabilizaria o constituinte MA, é reduzido pela precipitação de carbonetos durante o tratamento térmico, resultando em uma microestrutura sem esse constituinte.

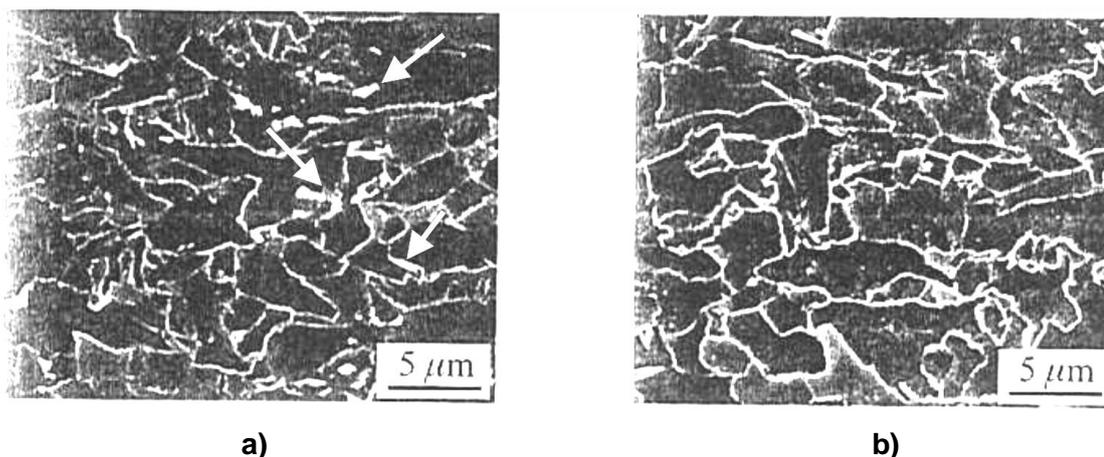


Figura 5.44 - Microestrutura de dois aços da classe API grau 70 resistentes a HIC produzidos por (a) resfriamento acelerado convencional e (b) submetido ao tratamento térmico após resfriamento acelerado (IKEDA, A., et al, 1977).

A fim de verificar a influência do grau de bandejamento na resistência ao trincamento definiu-se o parâmetro  $\overline{CLR}$ , dado como a média dos valores de CLR medidos nas 9 faces analisadas de cada *set* de corpos de prova. Nas figuras 5.45 e 5.46 é visto esse parâmetro em função do grau de bandejamento dos aços. Os resultados observados nessas figuras mostram que a resistência ao trincamento diminuiu com o aumento grau de bandejamento que, por sua vez, não pôde ser descrito pelo teor de Mn dos aços, conforme visto anteriormente. Logo a resistência à HIC dos aços foi mais influenciada pelo tipo de constituinte microestrutural presente do que pela sua distribuição.

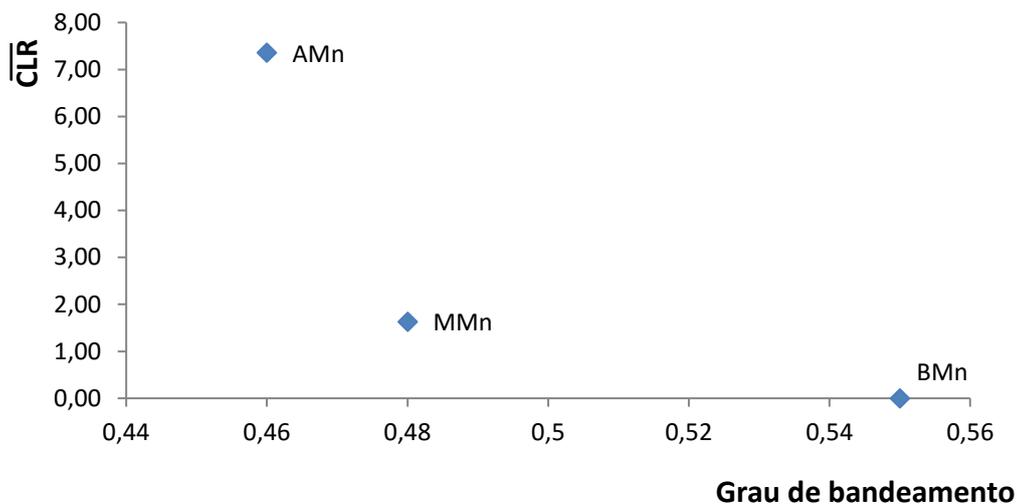


Figura 5.45 - Gráfico do valor de  $\overline{CLR}$  em função do grau de bandeamento dos aços para amostras retiradas a  $\frac{1}{4}$  da largura.

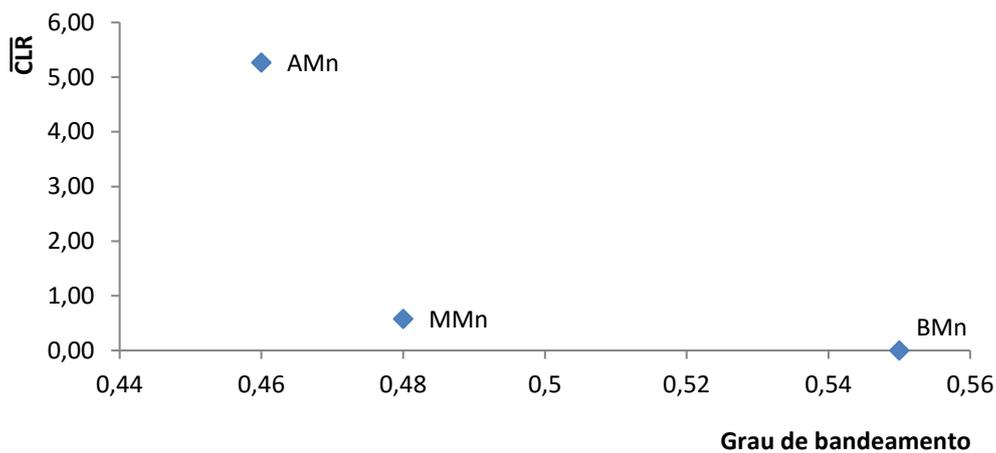


Figura 5.46 - Gráfico do valor de  $\overline{CLR}$  em função do grau de bandeamento dos aços para amostras retiradas a  $\frac{1}{2}$  da largura.

## CAPÍTULO 6

### CONCLUSÕES

- Fundamentadas nos resultados obtidos neste estudo, as principais conclusões são:
- Todos os três aços atenderam a especificação ASTM-A516 grau 70 em termos de composição química, propriedades mecânicas em tração e tenacidade a fratura.
- Nenhum dos aços apresentou segregação central. Quanto à limpidez, foi verificada a presença de algumas finas inclusões de MnS no centro da espessura e óxidos globulares distribuídos tanto no centro quanto a um quarto da espessura.
- Os três aços são constituídos de ferrita e perlita, porém, com a presença de constituintes típicos de baixa temperatura de transformação, contendo martensita e/ou constituintes MA, distribuídos de forma alinhada e em quantidade crescente em função do aumento do teor de Mn.
- Verificou-se que o bandeamento microestrutural diminuiu à medida em que se aumentou o teor de Mn e reduziu-se o teor de C, sugerindo que o carbono foi mais efetivo sobre o bandeamento do que o Mn e ainda que o grau de bandeamento aumentou segundo a relação C/Mn.
- O aço com maior teor de Mn e menor teor de carbono não apresentou o maior limite de escoamento, apesar de apresentar o menor tamanho de grão ferrítico entre os três aços. Este fato foi atribuído a geração de deslocações móveis na ferrita, em função da variação de volume da transformação da austenita em martensita e/ou MA, facilitando o escoamento e adiantando o início do encruamento.
- De modo geral, os aços com os maiores teores de manganês exibiram os melhores resultados de tenacidade ao entalhe, em função dos menores

tamanhos de grão ferrítico. Porém, o aço com menor tamanho de grão exibiu tenacidade similar a do aço com grãos de tamanho intermediário, em razão da maior quantidade de constituintes típicos de baixa temperatura de transformação.

- As trincas HIC observadas após ensaio segundo a NACE-TM-0284 ocorreram na região do centro da espessura da chapa e nuclearam e propagaram em meio a regiões de microestruturas típicas de baixa temperatura de transformação, contendo martensita e/ou constituintes MA. A resistência a HIC diminuiu com a redução do grau de bandeamento que, por sua vez, não estava relacionada ao teor de Mn dos aços. A diminuição da resistência a HIC foi mais influenciada pelo tipo de constituinte microestrutural presente do que pela sua distribuição.

## **CAPÍTULO 7**

### **SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- Avaliar a influência do resfriamento acelerado seguido de revenimento na resistência a HIC e na tenacidade de aços da qualidade ASTM-A516 grau 70.
- Verificar as alterações no coeficiente de difusão do H no aço em função da microestrutura e correlacionar essas alterações a susceptibilidade a HIC.

## CAPÍTULO 8

### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASTM A20, “*Standard Specification for General Requirements for Steel Plates for Pressure Vessels*”, 2007.

ASTM A370, “*Standard Specification for Seamless and Welded Austenitic Stainless Steel Tubing for General Service*”, 2008.

ASTM A516, “*Standard Specification for Pressure Vessel Plates, Carbon Steel, for Moderate- and Lower-Temperature Service*”, 2006.

ASTM E112, “*Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*”, 2004.

ASTM E1268, “*Standard Practice for Assessing the Degree of Banding or Orientation of Microstructures*”, 2007.

ASTM E45, “*Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel*”, 2005.

A. PUNDT, R. KIRCHHEIM, “*Hydrogen in Metals: Microstructural Aspects*”, Annu. Rev. Mater. Res. 36, 555-608, pp: 2-64, 2006.

BAKER, T. J. & CHARLES, J. A., “*Morphology of Manganese Sulphide in Steel*”, Journal of the Iron and Steel Institute, n°9, pp: 702-706, 1972.

BLONDEAU, R., “*Resistance of low Alloy Steels to H<sub>2</sub>S Embrittlement- echanisms and Controlling Factors*”, In: Béranger, G., Henry, G., Sanz, G. (eds), The Book of Steel, Chapter 15. Paris, Tecnique and Documentation, 1996.

BLONDEAU, R.; CHARLES, J.; COUDREUSE, L. “*Clean Steel to Resist Hydrogen Embrittlement*”. In: Corrosion'90, 23-27 April, pp.543-561, Las Vegas, Nevada, USA, 1990.

CARNEIRO, R. A., “*Efeito da Composição Química e da Microestrutura de Aços API na Resistência à fragilização Pelo Hidrogênio*”, Dissertação de Mestrado, Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química da Universidade Federal de Minas Gerais, 1997.

CARVALHO, F. L. Influência do Tamanho de Grão Austenítico na Resistência à Corrosão sob Tensão de Aços para Aplicação Sour Service. Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2007. 127p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Metalúrgica).

CHAVEZ JR, L. A. G.; JÓIA, C. J. B. M.; MATTOS, O. R. Técnicas Eletroquímicas e Respectivos Parâmetros que Viabilizem a Monitoração da Integridade de Equipamentos Utilizados no Refino de Petróleo. 6ª CONFERÊNCIA SOBRE TECNOLOGIA DE EQUIPAMENTOS - COTEQ. 19p, Salvador, 19 a 21 de Agosto de 2002.

COHEN, M. "*Retained austenite*". In: Transaction of American Society for Metals, v.14, p 35-94. 1949.

DOMIZZI, G.; ANTERI, G. OVEREJO-GARCIA, J.; Influence of Sulphur Content and Inclusion Distribution on the Hydrogen Induced Blister Cracking in Pressure Vessel and Pipeline Steels. Corrosion Science, Buenos Aires, 43, p 325-339, may 2000.

EMENIKE, C. O. I., "*HIC Prevention in HSLA Pipeline Steels Through Composition and Thermomechanical Design*", Corrosion Prevention & Control, pp: 63-69, June, 1988.

GARCIA, L. A. C. J.; JÓIA, C. J. B. M.; CARDOSO, E. M.; MATTOS, O. R. Electrochemical Methods in Corrosion on Petroleum Industry: Laboratory and Field Results. Electrochemical Acta, n. 46, p. 3879-3886, 2001.

GROENVELD, T. P. & FESSLER, R.R., "*Hydrogen Induced Damage in Sour Gas Gathering Lines*", Proc. NACE Western Region Conference, Calgary, 1979.

GUEDES, F. M. F. "Aplicação de Técnicas Foto-Eletroquímicas e Eletroquímicas ao Estudo do Processo de Permeação de Hidrogênio em um Aço ASTM A516 GR60 em Meios Contendo H<sub>2</sub>S". Tese (Doutorado em Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) - Programa de Pós Graduação em Engenharia da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2003.

HULKA, K., GRAY, J. M., HEISTERKAMP, F., "*Metallurgical Concept and Full-Scale testing of a High Toughness, H<sub>2</sub>S Resistant 0,03%C - 0,10%Nb Steel*", Niobium Technical Report, NbTR - 16/90, CBMM, August, 1990.

IINO, M., NOMURA, N., TAKEZAWA, H., GONDOH, H., “*Aciers Pour Pipelines Resistant au Cloquage et au Criquage dus a l’Hydrogene*”, Revue de Metallurgie, vol. 766, pp: 591, 1979.

IKEDA, A., & KOWAKA, M., “*Stress Corrosion Cracking of Low and High Strenght Steels in Wet Hydrogen Sulfide Environment*”, Chemical Economy and Engineering Review, vol.10, n°5, pp:12-22, 1978

IKEDA, A., MORITA, Y. & TERASAKY, F., “*On the Hydrogen Induced Cracking of Line Pipe Steel Under Wet Hydrogen Sulfide Environment*”, Second International Congress on Hydrogen in Metals, paper n° 4A7, 1977

IKEDA, A., TERASAKI, F., TAKEYAMA, M. “*The Hydrogen Induced Cracking Susceptibilities of Various Kind of Comercial Rolled Steels Under Wet Hydrogen Sulfide Environment*”, vol.19, p.103-117, 1979.

INAGAKI,H., TANIMURA, M., MATSUSHIMA, I., NISHIMURE, T., “*Effect of Copper on Hydrogen Induced Cracking of Pipeline Steel*”, Transactions ISIJ, vol. 18, pp: 149-156, 1978.

KANE, R. D., “*Roles of H<sub>2</sub>S Behavior of Engineering Alloys*”, International Metals Reviews, vol. 30, n° 6, pp: 291-301, 1985.

KAWAWA et al, “*Soft Reduction of CC Strand to Improve Centerline Segregation*”, New Technology, p: 413 ISIJ, 1976.

KIMURA, M., TOTSUKA, N., KURISU, T., HAME, T. & NAKAI, Y., “*Effect of Environmental Factors on Hydrogen Permeation in Linepipe Steel*”, Corrosion Science, vol. 44, n° 10, 1988.

KOBAYASHY, Y., TAIRA, T., MATSUMOTO, K., TERUNUMA, T., “*Resistance of Linepipe Steels to Wet Sour Gas*”, Proceedings of Current Solutions to Hydrogen Problems in Steels of First International Conference, Ed. C. G. Interrante e G. M. Pressouyre - ASM, 1982.

KOWAKA, M., TERASAKI, F., NAGATA, S. “*The Test Method of Hydrogen Induced Cracking of Rolled Steels Under Wet Hydrogen Sulfide Environment*”, The Sumitomo Search, vol.14, p.36, 1975.

KUSHIBA, T., KUDO, T., "Effect of Cr, Mo and Ni on the Hydrogen Embrittlement of Martensitic Steels", Corrosion Engineering, 41, pp: 799-809, 1992.

LACHMUND, H.; SCHWINN, V.; JUNGBLUT, H.A.. *Heavy plate production: Demand on hydrogen control*. In: Ironmaking & Steelmaking, v.27, n.5, p.381-386,. 2000.

LEYER, J. et al, "SSC Resistance of a 125Ksi Steel Grade in Slightly Sour Enviroments". In: CORROSION 2005, 2005.

LIOU, H. Y., LIAO, C. M. & WANG, S. C., "Effects of Titanium and Nitrogen Contents on the Hydrogen Induced Cracking of HSLA Steels", China Steel Technical Report, n°6, pp: 30-37, 1992.

LIOU, H. Y., SHIEH, R. I., e WANG, S. C., "Roles of Microalloying Elements in Hidrogen Induced Cracking Resistant Property of HSLA Steels", Corrosion, vol. 49, n° 5, pp: 389-398, May, 1993.

LOUTHAN J., M. R., CASKEY, G.R., DONAVAN, J. A. & RAWL, D. E., "Hydrogen Embrittlement of Metals", Materials Sciense Engineering, vol. 10, pp. 357-368, 1972.

MARTIN, J. W. & DOHERTY R. D., "Stability of Microstructure in Metallic Systems", Cambridge, p: 298, 1976.

MATSUMOTO, K., KOBAYASHI, Y., UME, K., MURAKAMI, K., TAIRA, K. & ARIKATA, K., "Hydrogen Induced Cracking Susceptibility of Hight-Strenght Line Pipe Steels", NACE, Vol. 42, N°6, June 1986.

MIRANDA, F. J. F., RATNAPULI, R. C. & MIYASHITA, T., "Avaliação da Susceptibilidade de Aços API a Trincas Induzidas pelo Hidrogênio em Meios Contendo H<sub>2</sub>S e Água", Metalurgia -ABM, vol, 40, n° 325, PP: 661-666, 1984.

MIRANDA, F.J.F., "Estudo da Corrosão de Aços Baixa Liga em Meios Aquosos Contendo H<sub>2</sub>S", Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Maio, 1987.

MIRANDA, P. E. V. & RODRIGUES, J. A., Editores, Gases em Metais e Ligas - "Fundamentos e Aplicações na Engenharia", Editora Didática e Cinética Ltda, Rio de Janeiro, 1994.

MIYOSHI, E., TANAKA, T., TERASAKI, F. & IKEDA, A., "Hydrogen Induced Cracking of Steel Under Wet Hydrogen Sulfide Enverionment", Trans. of the ASME, vol. 898, pp: 1221-1979, 1981.

N-1706 PETROBRAS, "Projeto de Vaso de Pressão para Serviço com H<sub>2</sub>S", 2007.

NACE STANDARD MR 0175, Petroleum and Natural Gas Industries - Materials for use in H<sub>2</sub>S-containing Environments in Oil and Gas Production, 2002.

NACE STANDARD TM 0284, Evaluation of Pipeline and Pressure Vessel Steels for Resistance to Hydrogen-Induced Cracking, 2003.

NAKASUGI, H., SUGIMURA, S., MATSUDA, H. & MURATA, T., "Development of New Line Pipe Steels for Sour Gas Service", Nippon Steel Technical Report, vol. 14, n° 12, p: 66, 1979.

NAYAK S.S.; MISRA, R.D.K.; HARTMANN, J.; SICILIANO, F.; GRAY, J.M. Microestrutura and Properties of Low Manganese and Niobium Containing HIC Pipeline Steel. Materials Science and Engineering, LA, A 494, 7p, p 456-463, April 2008.

NISHIMURA, T., INAGAKI, H. & TANIMURA, M., "Hydrogen Cracking in Sour Gas Pipeline Steels", Second International Congress on Hydrogen in Metals, Paper n° 3E9, 1977.

OLSON, D.L.; LANDAU, A., MAROEF, I. S.; PARK, Y.D.. "*Retained Austenite as a Hydrogen Trap in Steel Welds*". Welding Journal. pp. 27-35. Fevereiro/2002

OLIVEIRA, S. P., "Concentração Crítica Para a Fragilização por Hidrogênio em Aço", Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Abril, 2002.

OUCHI, C. et al, "*The Effect of Hot Rolling Condition and Chemical Composition on the Onset Temperature of Gamma-Alpha Transformation After Hot Rolling*". Transactions of the ISIJ, Março 1982, p. 214-222.

OHTANI, H.; HASHIMOTO, T.; KOMIZO, Y.. et al, "*Development of Low Pcm High Grade Line Pipe for Artic Service and Sour Environment*". , p. 843-854.

PARRINI, C e DE VITO, A., "*High Strength Micro Alloyed Steels Resistant to Hydrogen Induced Failures*", MICON/78 STP672, ASTM, pp:149-156, 1978.

PETCH, N.J., STABLES, P., "*Delayed Fracture of Metals Under Static Load, Nature*", vol.169, p.842-843, 1952.

PICHLER, A. et al, “*Aspects of the production of dual phase and multiphase steel strips*”, 41st MWSP, Conference Proceedings, Iron Steel Institute, v. XXXVII,1999, p.37-60.

RATNAPULI, R. C., SOARES, W. T., VALADARES, C. A. G., CARNEIRO, R. A., PEREIRA, A. M., BARBOSA, S. A., “Medição de Segregação Central dos Elementos P e Mn em Aços API Resistentes a Trincas Induzidas pelo Hidrogênio”, relatório Final de Pesquisa, Usiminas, Fevereiro, 1993. (Dados não publicados).

RATNAPULI, R. C., ALÍPIO, P. H.. “Estudo do Efeito da Desoxidação com Ti sobre a Resistência a HIC de Aços API”, Relatório de Estudos de P&D, Código PPVP4493; Dezembro/2005. (Dados não publicados).

ROCHA, R. O. “Influência de Variáveis de Recozimento Contínuo na Morfologia dos Constituintes de Aços Bifásicos Laminados a Frio da Classe de Limite de Resistência de 600 MPa”, Tese de Doutorado, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Abril, 2004.

ROGERS, H.C., “*The Influence of Hydrogen on the Yield Point in Iron*”, Acta Metallurgica, Volume 4, Issue 2, Pages 114-117, March, 1956.

ROZENFELD, I. L., Corrosion Inhibitors, Ed. McGraw-Hill, Cap. 9, pp:267-296, 1981.

RUDD, W. J.; DEWSNAP, R. F. “*Review of Factors Affecting HIC and SSCC of Steels Four Sour Service*”. In: Pipe Technology - International Conference, 17-19 November, Roma, Itália, 1997.

SANTOS, O. J.; DOMINGUES, N. “Efeito do Teor de P e do Grau de Bandeamento na Resistência a HIC de Aços API com Baixo Teor de S”. Relatório Final de Estudo de P&D - Código PPVP6296; Fevereiro/2008. (Comunicação interna/Usiminas)

SANTOS, O. J.; DOMINGUES, N. “Efeito do Teor de P e do Grau de Bandeamento na Resistência a HIC de Aços API com Baixo Teor de S-II”. Relatório Final de Estudo de P&D - Código PPVP6296; Abril/2008. (Comunicação interna/Usiminas)

SHIMOGORI, K., TORII, Y., KITAHATA, K., Kobe Steel Engineering Reports, 34, p: 20, 1984.

SILVA, A.G.S.G.; Estudo do Comportamento Eletroquímico do Sistema Nióbio/Óxido sob Carregamentos Cíclicos de Hidrogênio. Curitiba: Pós-graduação em Engenharia

(PIPE) Universidade Federal do Paraná, 2007. 118p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia).

SOJKA, J.; HYSPECKAL, L. Role of the Microstructure in Hydrogen Induced Cracking of Carbon-Manganese Steels. VSB, Ostrava, 8p, 2001.

SOZANSKA, M.; SOJKA, J.; BETAKOVA, P.; DAGBERT, C.; HYSPECKA, L.; GALLAND, J.; TVRDY, M. Examination of Hydrogen Interaction in Carbon Steel by Means of Quantitative Microstructural and Fracture Descriptions. Materials Characterization, Katowice, v.46, 5p, p 239-243, february 2000.

SNAPE, E. "Roles of Composition and Microstructure in Sulfide Cracking of Steel". Corrosion, v.24, n.9, p.261-282, Set. 1968.

TAIRA, T., KOBAYASHI, Y., & ICHINOSE, H., "*Test Results of Full Size HIC for Linepipe*", Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, vol. 20, n°3, pp:989, 1980.

TAIRA, T., TSUKADA, K., KOBAYASHI, Y., INAGAKI, H. & WATANABE, T., "*Sulfide Corrosion Cracking of Linepipe for Sour Gas Service*", Corrosion, vol. 37, n°1, pp: 5-16, January, 1981

TAWEHIRO, H., MATSUDA, S., YAMAMOTO, K., OKUMURU, N., Transactions ISSI, 25, p: 982, 1985.

TROIANO, A.R., "*The Role of Hydrogen and Other Interstitials on the Mechanical Behavior of Metals*", Trans. AIME, vol.52, p.54-80, 1960.

VIANNA, C. S., "Comportamento Mecânico do Aço API 5L X-60 Com e Sem Hidrogênio", Dissertação de Mestrado, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Junho, 2005.

WARGA, J.J. & MOORE, E.M., "*Factor Influencing the Hydrogen Cracking Sensitivity of Pipeline Steel*", Materials Performance, PP: June, 1976.

ZIELINSKI, A., "Hydrogen-Assisted Degradation of Some Non-Ferrous Metals and Alloys", Journal of Materials Processing Technology. N. 109, p. 206-214, 2001.

## **ANEXOS**

### **9.1 Memórias de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural**

Tabela X.1 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 1 do aço BMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).

ENSAIO DE ALINHAMENTO MICROESTRUTURAL																					
CORPO DE PROVA: 1		CORRIDA: BMn																			
		NÚMERO DE INTERCEPTOS (N)																			
		CAMPOS																			
		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
Direção		Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //		
LINHA	1	13,0	13,0	14,0	2,0	16,0	1,0	15,0	5,0	9,5	3,0	10,0	1,5	12,5	4,5	14,0	11,5	17,0	6,0	17,5	8,5
	2	16,0	10,5	13,0	7,5	12,5	3,5	16,5	3,0	12,0	4,0	11,0	2,0	13,5	1,5	16,0	1,0	14,0	11,5	13,0	19,5
	3	11,0	12,5	10,0	4,0	12,5	5,5	17,0	1,0	13,0	3,0	11,5	2,0	11,5	7,5	12,5	1,0	14,5	10,0	13,5	12,0
	4	15,0	15,0	12,5	3,5	14,0	10,5	18,0	7,0	13,0	8,5	14,0	9,0	11,5	5,0	14,5	1,0	14,5	3,5	13,0	15,0
	5	12,0	13,0	13,0	1,5	15,0	1,5	12,5	6,0	12,5	1,0	11,0	3,0	12,0	9,5	12,0	1,5	13,0	11,5	12,5	12,0
	6	12,0	-	12,0	-	14,5	-	18,5	-	10,0	-	11,0	-	11,5	-	11,5	-	14,0	-	15,0	-
	7	11,0	-	14,0	-	14,0	-	13,5	-	13,0	-	13,0	-	13,0	-	11,5	-	16,5	-	12,0	-
SOMA		90,0	64,0	88,5	18,5	98,5	22,0	111,0	22,0	83,0	19,5	81,5	17,5	85,5	28,0	92,0	16,0	103,5	42,5	96,5	67,0
<b>N<sub>⊥</sub></b> (interceptos/mm)		29,693	-	29,198	-	32,498	-	36,622	-	27,384	-	26,889	-	28,209	-	30,353	-	34,147	-	31,838	-
<b>N<sub>//</sub></b> (interceptos/mm)		-	21,115	-	6,104	-	7,258	-	7,258	-	6,434	-	5,774	-	9,238	-	5,279	-	14,022	-	22,105
<b>N<sub>⊥</sub></b> (Perpendicular)				<b>N<sub>//</sub></b> (Paralelo)																	
Média:		30,683		Média:		10,459															
Desvio padrão:		3,102		Desvio padrão:		6,393															
Número de campos:		10		Número de campos:		10															
<b>GRAU DE ORIENTAÇÃO:</b>				<b>0,55</b>																	

Tabela X.2 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 2 do aço BMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).

ENSAIO DE ALINHAMENTO MICROESTRUTURAL																					
CORPO DE PROVA: 2		CORRIDA: BMn																			
		NÚMERO DE INTERCEPTOS (N)																			
		CAMPOS																			
		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
Direção		Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //
LINHA	1	14,0	10,0	18,0	7,5	13,0	5,0	12,5	1,5	14,0	2,0	13,0	4,0	13,0	4,0	13,0	7,5	15,0	12,5	14,0	3,0
	2	16,0	10,5	14,0	6,0	15,0	8,0	14,0	2,0	13,0	7,0	12,0	3,0	11,5	6,5	11,5	1,5	12,5	7,0	13,0	6,0
	3	16,0	6,0	11,0	7,5	14,0	2,0	9,5	3,0	11,5	3,0	11,5	1,0	17,0	2,5	13,0	1,5	12,5	9,0	15,0	3,0
	4	17,0	1,0	13,0	8,0	12,5	1,5	14,0	1,0	13,0	2,0	13,5	5,0	10,0	1,0	13,5	8,0	16,5	2,0	11,5	11,5
	5	13,0	5,5	13,5	7,5	13,5	1,0	12,0	4,0	15,5	1,0	12,5	1,0	12,0	2,0	13,5	1,5	15,5	8,0	13,0	6,0
	6	13,0	-	16,0	-	16,0	-	13,0	-	14,5	-	15,0	-	12,5	-	12,0	-	12,0	-	16,0	-
	7	14,5	-	15,0	-	14,0	-	14,5	-	13,5	-	14,0	-	10,5	-	10,5	-	16,5	-	12,5	-
SOMA		103,5	33,0	100,5	36,5	98,0	17,5	89,5	11,5	95,0	15,0	91,5	14,0	86,5	16,0	87,0	20,0	100,5	38,5	95,0	29,5
N <sub>⊥</sub> (interceptos/mm)		34,147	-	33,158	-	32,333	-	29,528	-	31,343	-	30,188	-	28,539	-	28,704	-	33,158	-	31,343	-
N <sub>//</sub> (interceptos/mm)		-	10,888	-	12,042	-	5,774	-	3,794	-	4,949	-	4,619	-	5,279	-	6,599	-	12,702	-	9,733
N <sub>⊥</sub> (Perpendicular)		Média:		31,244		N <sub>//</sub> (Paralelo)		Média:		7,638											
Desvio padrão:		1,966		Desvio padrão:		3,354															
Número de campos:		10		Número de campos:		10															
GRAU DE ORIENTAÇÃO:		0,66																			

Tabela X.3 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 3 do aço BMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).

ENSAIO DE ALINHAMENTO MICROESTRUTURAL																					
CORPO DE PROVA: 3		CORRIDA: BMn																			
		NÚMERO DE INTERCEPTOS (N)																			
		CAMPOS																			
		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
Direção		Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //		
LINHA	1	13,5	17,5	16,5	13,5	13,5	10,5	13,5	5,5	13,0	15,0	14,0	2,0	15,5	2,5	11,5	6,0	14,5	12,5	13,5	13,0
	2	13,5	18,0	15,5	12,0	12,5	4,5	13,0	3,5	11,0	7,0	11,5	3,0	14,5	2,0	13,5	1,5	11,5	10,0	15,0	13,5
	3	14,0	17,0	17,5	16,5	15,0	2,5	15,0	1,0	13,0	11,0	12,0	2,5	12,5	4,5	12,5	8,0	12,0	3,0	14,5	12,5
	4	15,5	12,5	14,5	14,0	12,5	2,0	16,0	2,5	12,0	11,5	13,0	4,5	12,5	1,0	12,0	9,5	12,0	8,0	12,5	12,5
	5	11,0	15,5	18,0	12,4	12,5	4,5	14,0	2,0	12,5	1,5	11,5	5,0	13,0	5,0	11,0	8,0	12,5	12,5	11,0	12,5
	6	15,0	-	13,5	-	15,0	-	12,5	-	11,5	-	12,5	-	16,0	-	14,0	-	11,0	-	14,0	-
	7	13,5	-	13,5	-	14,0	-	12,5	-	12,5	-	12,5	-	12,0	-	14,0	-	15,5	-	12,0	-
SOMA		96,0	80,5	109,0	68,4	95,0	24,0	96,5	14,5	85,5	46,0	87,0	17,0	96,0	15,0	88,5	33,0	89,0	46,0	92,5	64,0
N <sub>⊥</sub> (interceptos/mm)		31,673	-	35,962	-	31,343	-	31,838	-	28,209	-	28,704	-	31,673	-	29,198	-	29,363	-	30,518	-
N <sub>//</sub> (interceptos/mm)		-	26,559	-	22,567	-	7,918	-	4,784	-	15,177	-	5,609	-	4,949	-	10,888	-	15,177	-	21,115
N <sub>⊥</sub> (Perpendicular)		Média:				Média:				Média:				Média:							
		30,848				13,474				13,474				13,474							
Desvio padrão:		2,244				7,928				7,928				7,928							
Número de campos:		10				10				10				10							
GRAU DE ORIENTAÇÃO:		0,45																			

Tabela X.4 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 1 do aço MMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).

ENSAIO DE ALINHAMENTO MICROESTRUTURAL																					
CORPO DE PROVA: 1		CORRIDA: MMn																			
		NÚMERO DE INTERCEPTOS (N)																			
		CAMPOS																			
		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
Direção		Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //		
LINHA	1	23,5	22,5	15,5	13,0	11,5	5,0	14,5	3,0	14,0	3,0	11,5	1,0	16,0	10,5	14,0	1,5	19,0	18,5	17,0	17,0
	2	21,0	20,0	13,5	12,5	13,5	7,5	10,5	10,0	12,0	1,0	12,0	1,0	13,5	2,0	14,5	2,0	16,5	23,5	15,5	14,0
	3	18,0	15,0	13,5	14,0	16,0	13,0	14,0	1,0	13,0	4,5	11,0	5,0	15,0	4,0	16,5	2,0	19,0	18,0	16,5	14,5
	4	18,0	21,0	15,5	13,5	15,5	13,0	14,5	1,0	12,0	5,5	13,0	2,0	16,5	1,0	14,0	9,5	21,0	16,5	14,5	19,5
	5	16,5	18,0	16,0	12,0	17,0	11,0	12,5	2,0	12,5	1,0	14,0	9,0	16,5	5,5	16,5	15,0	18,0	16,0	11,0	13,0
	6	16,0	-	15,5	-	16,5	-	14,0	-	14,0	-	13,5	-	16,0	-	13,5	-	15,5	-	15,5	-
	7	13,0	-	15,5	-	13,0	-	11,0	-	13,0	-	11,0	-	11,0	-	13,0	-	17,0	-	17,5	-
SOMA		126,0	96,5	105,0	65,0	103,0	49,5	91,0	17,0	90,5	15,0	86,0	18,0	104,5	23,0	102,0	30,0	126,0	92,5	107,5	78,0
N <sub>⊥</sub> (interceptos/mm)		41,571	-	34,642	-	33,982	-	30,023	-	29,858	-	28,374	-	34,477	-	33,652	-	41,571	-	35,467	-
N <sub>//</sub> (interceptos/mm)		-	31,838	-	21,445	-	16,331	-	5,609	-	4,949	-	5,939	-	7,588	-	9,898	-	30,518	-	25,734
N <sub>⊥</sub> (Perpendicular)		N <sub>//</sub> (Paralelo)																			
Média:		34,362			Média:		15,985														
Desvio padrão:		4,483			Desvio padrão:		10,674														
Número de campos:		10			Número de campos:		10														
GRAU DE ORIENTAÇÃO:		0,42																			

Tabela X.5 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 2 do aço MMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).

ENSAIO DE ALINHAMENTO MICROESTRUTURAL																					
CORPO DE PROVA: 2		CORRIDA: MMn																			
		NÚMERO DE INTERCEPTOS (N)																			
		CAMPOS																			
		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
Direção		Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //		
LINHA	1	16,0	10,0	8,5	16,0	12,0	1,0	11,5	1,0	10,0	6,0	13,0	3,0	13,5	5,0	14,0	13,0	16,0	9,0	13,0	14,0
	2	14,0	11,5	12,0	3,5	11,0	5,0	11,5	2,0	12,0	15,5	12,0	2,0	16,0	9,5	11,5	14,0	13,0	4,0	13,5	15,0
	3	14,0	14,5	10,0	2,0	11,0	2,0	11,5	6,0	12,5	1,0	13,5	1,0	13,5	4,0	12,0	1,0	17,0	11,0	17,0	20,5
	4	13,5	15,0	14,0	9,0	12,0	1,0	11,5	2,0	11,0	2,0	14,0	6,0	18,0	3,0	14,0	6,0	17,0	19,5	17,5	19,0
	5	15,0	14,5	9,5	4,0	11,5	1,0	12,5	10,5	12,0	4,0	15,5	6,5	15,0	13,0	15,0	8,0	11,0	15,0	18,5	20,0
	6	15,0	-	13,0	-	9,5	-	15,0	-	13,5	-	13,0	-	13,5	-	16,0	-	15,5	-	13,5	-
	7	13,0	-	10,5	-	11,0	-	9,5	-	12,5	-	14,5	-	15,0	-	16,0	-	14,0	-	15,0	-
SOMA		100,5	65,5	77,5	34,5	78,0	10,0	83,0	21,5	83,5	28,5	95,5	18,5	104,5	34,5	98,5	42,0	103,5	58,5	108,0	88,5
N <sub>⊥</sub> (interceptos/mm)		33,158	-	25,569	-	25,734	-	27,384	-	27,549	-	31,508	-	34,477	-	32,498	-	34,147	-	35,632	-
N <sub>//</sub> (interceptos/mm)		-	21,610	-	11,382	-	3,299	-	7,093	-	9,403	-	6,104	-	11,382	-	13,857	-	19,301	-	29,198
N <sub>⊥</sub> (Perpendicular)		N <sub>//</sub> (Paralelo)																			
Média:		30,766			Média:			13,263													
Desvio padrão:		3,834			Desvio padrão:			7,965													
Número de campos:		10			Número de campos:			10													
GRAU DE ORIENTAÇÃO:		0,46																			

Tabela X.6 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 3 do aço MMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).

ENSAIO DE ALINHAMENTO MICROESTRUTURAL																					
CORPO DE PROVA: 3		CORRIDA: MMn																			
		NÚMERO DE INTERCEPTOS (N)																			
		CAMPOS																			
		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
Direção		Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //
LINHA	1	17,5	17,0	17,5	6,0	15,0	7,0	15,5	3,0	14,0	7,0	17,0	7,0	16,5	4,0	12,0	8,5	15,0	13,5	17,5	16,0
	2	16,0	16,5	18,0	6,0	12,0	9,5	14,0	2,0	17,0	2,5	14,5	3,0	16,0	9,0	14,0	2,0	14,0	16,5	16,0	18,0
	3	21,0	18,0	18,0	2,0	12,0	2,0	14,0	2,0	17,0	4,0	16,5	11,5	17,0	11,0	16,5	7,0	17,0	16,0	20,5	17,0
	4	19,5	16,5	21,0	15,5	13,0	2,0	13,5	5,0	14,5	2,0	16,0	1,0	16,0	1,5	14,5	3,0	17,0	14,0	21,0	17,0
	5	19,5	13,0	13,5	1,0	14,0	2,0	18,0	4,0	16,0	2,0	15,0	6,5	15,0	8,0	15,0	5,0	15,0	21,0	18,0	16,5
	6	23,0	-	18,0	-	13,5	-	16,0	-	16,5	-	15,0	-	16,0	-	16,0	-	14,0	-	16,5	-
	7	16,0	-	15,0	-	14,0	-	14,0	-	16,0	-	14,5	-	14,0	-	14,0	-	17,0	-	17,0	-
SOMA		132,5	81,0	121,0	30,5	93,5	22,5	105,0	16,0	111,0	17,5	108,5	29,0	110,5	33,5	102,0	25,5	109,0	81,0	126,5	84,5
N <sub>⊥</sub> (interceptos/mm)		43,715	-	39,921	-	30,848	-	34,642	-	36,622	-	35,797	-	36,457	-	33,652	-	35,962	-	41,736	-
N <sub>//</sub> (interceptos/mm)		-	26,724	-	10,063	-	7,423	-	5,279	-	5,774	-	9,568	-	11,053	-	8,413	-	26,724	-	27,879
N <sub>⊥</sub> (Perpendicular)				N <sub>//</sub> (Paralelo)																	
Média:		36,935		Média:		13,890															
Desvio padrão:		3,853		Desvio padrão:		9,300															
Número de campos:		10		Número de campos:		10															
GRAU DE ORIENTAÇÃO:			0,51																		

Tabela X.7 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 1 do aço AMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).

ENSAIO DE ALINHAMENTO MICROESTRUTURAL																					
CORPO DE PROVA: 1		CORRIDA: AMn																			
		NÚMERO DE INTERCEPTOS (N)																			
		CAMPOS																			
		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
Direção		Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //
LINHA	1	17,5	18,0	18,0	15,0	20,5	28,0	13,5	11,0	17,0	1,0	15,0	12,0	12,0	4,0	19,5	5,0	15,5	19,5	18,0	8,5
	2	18,0	20,0	20,5	18,5	19,5	14,5	15,0	8,5	14,0	2,5	15,0	10,0	12,0	10,5	17,0	12,0	17,0	17,5	16,5	8,5
	3	19,5	10,0	22,0	12,0	14,0	8,5	12,5	1,0	13,0	12,0	14,0	15,0	14,0	2,5	19,5	3,0	17,5	17,0	15,5	14,5
	4	21,0	22,5	18,0	3,0	16,5	6,5	13,0	4,0	16,5	11,0	16,5	1,5	16,0	17,0	17,5	4,0	18,0	22,5	17,0	21,5
	5	18,0	18,0	20,0	9,0	18,0	4,5	12,0	8,0	14,0	6,5	11,0	1,0	15,0	1,0	16,5	19,0	19,0	14,0	12,0	13,0
	6	17,0	-	18,0	-	15,0	-	14,0	-	14,0	-	14,5	-	15,0	-	15,0	-	15,0	-	12,0	-
	7	19,5	-	15,5	-	22,0	-	11,5	-	13,0	-	13,5	-	14,5	-	15,0	-	18,0	-	15,5	-
SOMA		130,5	88,5	132,0	57,5	125,5	62,0	91,5	32,5	101,5	33,0	99,5	39,5	98,5	35,0	120,0	43,0	120,0	90,5	106,5	66,0
N <sub>⊥</sub> (interceptos/mm)		43,055	-	43,550	-	41,406	-	30,188	-	33,487	-	32,828	-	32,498	-	39,591	-	39,591	-	35,137	-
N <sub>//</sub> (interceptos/mm)		-	29,198	-	18,971	-	20,455	-	10,723	-	10,888	-	13,032	-	11,547	-	14,187	-	29,858	-	21,775
N <sub>⊥</sub> (Perpendicular)		Média:		37,133		N <sub>//</sub> (Paralelo)		Média:		18,063											
Desvio padrão:		4,855		Desvio padrão:		7,239															
Número de campos:		10		Número de campos:		10															
GRAU DE ORIENTAÇÃO:		0,40																			

Tabela X.8 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 2 do aço AMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).

ENSAIO DE ALINHAMENTO MICROESTRUTURAL																					
CORPO DE PROVA: 2		CORRIDA: Amn																			
		NÚMERO DE INTERCEPTOS (N)																			
		CAMPOS																			
		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
Direção		Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //		
LINHA	1	13,5	21,0	13,0	6,0	14,0	14,0	15,0	1,0	14,0	2,0	11,5	1,0	18,0	3,5	18,5	8,0	14,0	7,0	14,0	15,5
	2	18,0	24,0	13,5	3,0	14,0	12,0	15,0	1,0	14,5	5,0	16,5	15,0	19,0	13,5	14,0	2,0	18,5	10,5	16,0	14,0
	3	19,5	17,5	15,5	14,0	13,0	10,0	12,0	1,5	14,5	3,5	14,0	5,0	18,0	18,5	15,0	6,0	20,0	11,0	18,0	17,0
	4	15,5	9,0	17,0	5,5	13,0	3,0	15,5	1,5	15,0	3,5	12,5	15,0	19,5	10,5	17,0	3,5	17,0	14,5	16,0	16,5
	5	19,5	19,0	12,0	13,0	14,0	1,0	15,0	1,0	14,5	17,0	16,0	13,0	15,5	13,5	14,5	13,5	16,0	18,5	15,0	17,5
	6	18,0	-	13,5	-	14,0	-	17,5	-	14,0	-	16,5	-	20,0	-	14,5	-	18,0	-	16,5	-
	7	18,5	-	14,5	-	13,0	-	16,0	-	13,0	-	14,0	-	15,0	-	13,0	-	13,0	-	17,5	-
SOMA		122,5	90,5	99,0	41,5	95,0	40,0	106,0	6,0	99,5	31,0	101,0	49,0	125,0	59,5	106,5	33,0	116,5	61,5	113,0	80,5
N <sub>⊥</sub> (interceptos/mm)		40,416	-	32,663	-	31,343	-	34,972	-	32,828	-	33,323	-	41,241	-	35,137	-	38,436	-	37,282	-
N <sub>//</sub> (interceptos/mm)		-	29,858	-	13,692	-	13,197	-	1,980	-	10,228	-	16,166	-	19,631	-	10,888	-	20,290	-	26,559
N <sub>⊥</sub> (Perpendicular)				N <sub>//</sub> (Paralelo)																	
Média:		35,764		Média:		16,249															
Desvio padrão:		3,429		Desvio padrão:		8,190															
Número de campos:		10		Número de campos:		10															
GRAU DE ORIENTAÇÃO:		0,43																			

Tabela X.9 - Planilha contendo a memória de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural, para o corpo de prova 3 do aço AMn, realizada segundo a ASTM-E1268 (2007).

ENSAIO DE ALINHAMENTO MICROESTRUTURAL																					
CORPO DE PROVA: 3		CORRIDA: Amn																			
		NÚMERO DE INTERCEPTOS (N)																			
		CAMPOS																			
		1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
Direção		Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //	Perp. ⊥	Par. //		
LINHA	1	13,0	6,5	14,5	6,5	17,5	17,0	14,0	2,5	12,0	5,5	13,5	9,5	11,5	11,5	13,5	9,0	16,5	13,5	13,5	11,5
	2	14,5	13,5	15,5	6,0	15,5	15,5	14,0	2,0	11,0	1,0	16,0	1,0	15,0	14,0	12,5	1,0	12,0	5,0	17,0	12,0
	3	19,5	15,0	15,5	6,5	16,5	13,0	15,0	6,5	11,0	1,0	14,5	12,0	12,5	10,0	17,5	1,0	15,5	3,0	14,0	11,5
	4	13,5	3,0	15,0	12,0	16,0	4,5	16,0	1,0	12,5	13,0	16,0	11,5	13,5	8,5	18,5	15,5	15,0	7,5	19,0	15,5
	5	17,0	9,5	16,0	16,0	15,5	2,0	12,5	2,0	14,0	3,0	12,0	2,0	15,0	1,0	16,0	13,5	15,0	4,0	13,0	16,0
	6	16,5	-	13,5	-	17,0	-	10,0	-	13,5	-	12,5	-	13,5	-	14,5	-	15,5	-	14,5	-
	7	15,0	-	16,0	-	18,0	-	12,0	-	13,5	-	13,5	-	12,0	-	14,5	-	16,0	-	16,5	-
SOMA		109,0	47,5	106,0	47,0	116,0	52,0	93,5	14,0	87,5	23,5	98,0	36,0	93,0	45,0	107,0	40,0	105,5	33,0	107,5	66,5
<b>N<sub>⊥</sub></b> (interceptos/mm)		35,962	-	34,972	-	38,271	-	30,848	-	28,869	-	32,333	-	30,683	-	35,302	-	34,807	-	35,467	-
<b>N<sub>//</sub></b> (interceptos/mm)		-	15,671	-	15,507	-	17,156	-	4,619	-	7,753	-	11,877	-	14,847	-	13,197	-	10,888	-	21,940
<b>N<sub>⊥</sub></b> (Perpendicular)		<b>N<sub>//</sub></b> (Paralelo)																			
Média:		33,751		Média:		13,346															
Desvio padrão:		2,924		Desvio padrão:		4,903															
Número de campos:		10		Número de campos:		10															
<b>GRAU DE ORIENTAÇÃO:</b>		<b>0,49</b>																			

## 9.2 Memórias de cálculo e resultados da análise de alinhamento microestrutural

Tabela X10 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L\perp}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn, MMn e AMn.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	333,0643843	2	166,5321922	11,49901	3,71E-05	3,849808
Dentro dos grupos	1259,960456	87	14,4823041			
Total	1593,024841	89				

Tabela X11 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L//}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn, MMn e AMn.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	431,3292719	1	431,3292719	9,584594	0,00302	5,294986
Dentro dos grupos	2610,13648	58	45,0023531			
Total	3041,465752	59				

Tabela X12 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L\perp}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn e MMn.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	143,7600903	1	143,7600903	10,33023	0,002139	5,294986
Dentro dos grupos	807,1535217	58	13,91644003			
Total	950,913612	59				

Tabela X13 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L\perp}}$  (interceptos/mm) referente aos aços MMn e AMn.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	320,7846206	1	320,7846206	29,95163	9,9E-07	5,294986
Dentro dos grupos	621,18506	58	10,71008724			
Total	941,9696806	59				

Tabela X14 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L\perp}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn e AMn.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	35,05186569	1	35,05186569	1,862441	0,177615	5,294986
Dentro dos grupos	1091,582331	58	18,82038502			
Total	1126,634197	59				

Tabela X15 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L//}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn e MMn.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	223,0002562	1	223,0002562	3,572396	0,063748	5,294986
Dentro dos grupos	3620,54311	58	62,42315706			
Total	3843,543366	59				

Tabela X16 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L//}}$  (interceptos/mm) referente aos aços MMn e AMn.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	34,05043565	1	34,05043565	0,51694	0,475037	5,294986
Dentro dos grupos	3820,413888	58	65,86920496			
Total	3854,464323	59				

Tabela X17 - Resultado da análise Anova para  $\overline{N_{L//}}$  (interceptos/mm) referente aos aços BMn e AMn.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	431,3292719	1	431,3292719	9,584594	0,00302	5,294986
Dentro dos grupos	2610,13648	58	45,0023531			
Total	3041,465752	59				