

DETERMINAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA NA REGIÃO DE INTERFACE FORMADA ENTRE AÇO API 5L X52 REVESTIDO COM INCONEL 625

Aldecir Alves de Araújo, aldeciraraujo@gmail.com¹

Bruna Brito Freitas, brunabrito Freitas@gmail.com²

¹Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca – CEFET/RJ Campus Maracanã, Av. Maracanã 229, Maracanã, Rio de Janeiro, RJ, Brasil

²Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca – CEFET/RJ Campus Angra dos Reis, Rua do Areal 522, Parque Mambucaba, Angra dos Reis, RJ, Brasil

Resumo: O objetivo do trabalho foi determinar e comparar o valor do CTOD de carga máxima da interface substrato/revestimento (bimetálica) e nas suas adjacências, neste caso o revestimento. Este estudo se deu através de uma amostra tubular de aço API 5L X52 revestido internamente por Inconel 625 utilizando soldagem TIG (GTAW - gas tungsten arc welding) multipasse orbital automatizado. Foram fabricados corpos de prova compactos de tração C(T) com entalhe posicionado o mais próximo da região de interface. Para complementar este estudo e ter informações adicionais sobre os dois materiais, foram realizados ensaios de tração, dureza HB, microdureza HV do substrato e do revestimento individualmente. Foi realizada caracterização microestrutural na região de interface utilizando-se microscopia ótica (MO) e eletrônica de varredura (MEV) para verificar a morfologia microestrutural na interface e nas adjacências. Os resultados revelaram elevada tenacidade à fratura com processos de fratura (pré-trincamento e crescimento estável de trinca) iniciado integralmente interface. Os resultados também mostraram que o elevado valor de tenacidade na interface se deu sem revelar nenhum tipo de instabilidade durante o teste de CTOD.

Palavras-chave: tenacidade à fratura, CTOD de carga máxima, interface substrato/revestimento.

1. INTRODUÇÃO

De uma maneira geral estruturas tubulares longas são os principais equipamentos utilizados na indústria de óleo e gás na exploração, perfuração, produção e transferência (Corona, 2007), assim merecem uma atenção especial principalmente ao que tange o seu processo de fabricação. Dutos *offshore*, além da alta pressão externa a que são submetidos, estão sujeitas a variações de cargas internas que, vinculados a degradação do material, causada por processos corrosivos, podem causar um colapso prematuro. Sabe-se que a deterioração dos dutos ocorre, principalmente, pela presença de fluídos, que contém quantidades significativas de H₂S e CO₂. Segundo Mansour (2009) e Zou (2013) a corrosão no meio contendo H₂S é um dos mais sérios problemas das indústrias de petróleo e com isso, podem culminar na dissolução do metal, na forma de pits de corrosão e trincas induzidas por hidrogênio. O trincamento sob pressão em presença de sulfetos ocorre preferencialmente em cordões de soldas, que quando fraturado apresentando trincas transversais ao cordão. Esse tipo de trincamento está normalmente associado as regiões da ZTA (zona termicamente afetada), entretanto, as trincas não se restringem a essa área (Jambo, 2008). Além disso, nos diferentes estágios da produção e transporte de petróleo também pode haver corrosão pelo dióxido de carbono (CO₂) em solução aquosa, pois como citado por Lemos (2009), esse tipo de problema é responsável por aproximadamente 60% das falhas encontradas pelas indústrias *offshore*. Conforme citado por Jepson (1997), misturas de óleo, água e gás são transportados através de dutos e, os níveis de CO₂ e água salina podem chegar a 30 e 90%, respectivamente, em poços mais antigos.

Frente a esses fatos, estudar o comportamento de materiais que apresentem resistência à corrosão para ambientes hostis, em presença de H₂S e CO₂, em conjunto com a mecânica da fratura, torna-se primordial. Assim, para evitar esta ação corrosiva da parede interna nos dutos, estes estão sendo cladeados metalurgicamente através da soldagem de revestimento (*welding overlay*). Na junção do material dissimilar ao metal de base há a formação de uma região intermediária denominada de interface que, por sua vez, possui uma formação microestrutural intermediária que revela certo grau de incerteza em relação às propriedades mecânicas e de tenacidade à fratura nesta região. O material para fabricação de dutos utilizados na área do petróleo e gás é prioritariamente o aço e segue determinação da norma API 5L

(2007). O revestimento analisado neste trabalho foi o Inconel 625, uma superliga à base de níquel comumente utilizada como metal *clad*, como relatado por Abioye *et al.* (2015) e Xu *et al.* (2013). Isso porque, o Inconel 625, possui uma composição química favorável e com elevado teor de Cr e Ni. Contudo o elevado teor desses elementos, têm apresentados problemas após o processo de soldagem, como citam El-Reedy *et al.* (2012) e Silva *et al.* (2013). Isso tem causado grandes preocupações devido à formação de microestruturas que podem fragilizar a região de interface. Assim, determinar a tenacidade à fratura nessa região é de fundamental importância para reduzir as incertezas de falhas na região de interface substrato/metal de revestimento e prevenir falhas estruturais.

Para medir a tenacidade à fratura na interface foi elaborada uma amostra tubular de aço API 5L X52 revestida internamente por Inconel 625 utilizando o processo de soldagem TIG (GTAW) orbital automatizado. A partir da amostra tubular foram fabricados corpos de prova para ensaio de tração e de tenacidade à fratura. O corpo de prova utilizado neste tipo de ensaio de CTOD foi o compacto de tração C(T) fabricado de 50 % de aço API 5L X52 e 50 % de Inconel 625, com o entalhe posicionado na interface. Por fim, a tenacidade à fratura na interface foi determinada experimentalmente através da mecânica da fratura elastoplástica utilizado o parâmetro CTOD de carga máxima, obtido através da norma ASTM 1820-11.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais Utilizados

Foi elaborado um a amostra tubular de aço API 5L X52 de 150 mm de comprimento com 168 mm de diâmetro externo e espessura de 22,5 mm. O revestimento metálico utilizado foi o eletrodo de arame de Inconel 625 (AWS ER-NiCrMo-3) com 1,2 mm de diâmetro. O mesmo foi depositado em camadas através do processo de soldagem TIG orbital automatizado até atingir a espessura de 15 mm. As composições químicas nominais dos dois materiais estão apresentadas na Tab. 1 e são fornecidos pela norma API 5L e do Inconel 625 (AWS ER-NiCrMo-3) pelo catálogo da ESAB (material ESAB) e comparado na literatura (Donachie *et al.*, 2002).

Tabela 1. Composição química nominal (wt%) do aço API 5L X52 e do Inconel 625.

Material	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	S	Cu	Ti	Al	Fe
API X52	0,24	1,4	0,45	0,3	0,3	0,15	0,009	0,5	-	0,032	-
Inconel 625	<0,1	3,0	<0,5	20,0	>67,0	--	--	--	<07	--	<3

2.1.1. Caracterização Microestrutural da Interface

Para este estudo foi retirado da mostra cladeada uma lamina bimetalica de 30 mm de largura por 12,5 mm de comprimento e 4 mm de espessura para analisar através de microscopia óptica e de varredura a microestrutura na interface e nas adjacências da mesma. A amostra, após ser devidamente lixada e polida, foi atacada sob o uso de dois reagentes distintos. O revestimento (Inconel 625), composto pela liga de níquel, foi atacado quimicamente em solução eletrolítica utilizando uma solução oxálica ($C_2H_2O_4.2H_2O$) a 10 % em água, utilizando uma tensão de 3 V durante 30 segundos. Após revelar a microestrutura do Inconel 625, a lamina foi inteiramente imersa em uma solução de Nital (2 %) durante 30 segundos para atacar quimicamente o Aço API 5L X52 da amostra. As microestruturas reveladas foram analisadas utilizando-se de microscopia óptica e eletrônica de varredura, com o uso de microscópio OLYMPUS BX60M e JEOL JSM 6460LV, respectivamente. EDS NORAN SYSTEM SIX 200 também foi utilizado para análise do perfil da composição química através da interface.

2.1.2. Amostra Tubular utilizada para obter os Corpos de Prova para Ensaios

Os corpos de prova para ensaio de tração e os compactos de tração C(T) para teste de tenacidade à fratura foram retirados da amostra tubular cladeada no sentido T-L, como mostrado na Fig. 1. Para este fim, foram removidos da amostra tubular, através do processo de eletroerosão a fio, seis barras de seções circulares (três do substrato e três do revestimento) para fabricar os corpos de prova para teste de tração e duas de seção retangular para fabricar os compactos de tração C(T). Após esta fase de remoção das barras, foram fabricados seis corpos de prova de tração e seis compactos de tração C(T) com 50% de substrato e 50% de recobrimento, com espessura (B) de 12,5 mm e largura (W) de 25 mm, segundo orienta a norma ASTM E1820-01 (2001).

As propriedades mecânicas de tração do substrato e do revestimento foram avaliadas em temperatura ambiente (25 °C) utilizando três corpos de prova de cada material. Os testes foram realizados de acordo com a norma ASTM E8/E8M (2009), submetidos a uma taxa de deformação de $5.10^{-4} s^{-1}$. Os mesmos foram realizados em uma máquina EMIC DL 23-300, com capacidade de carga de 300 kN e um extensômetro axial EMIC EE09.

Os entalhes dos corpos de prova de compactos de tração C(T) foram feitos por eletroerosão a fio e posicionado na interface. O pré-trincamento se deu por fadiga seguindo recomendações da norma BS 7448-91. Para isto, fez-se uso de uma máquina servo-hidráulica Instron 1332, equipada com uma célula de carga Instron 2527-100 com capacidade máxima

de ± 50 kN. A carga máxima de pré-trincamento foi de 6.85 kN e o comprimento da pré-trinca medida na lateral do corpo de prova foi de aproximadamente 1,5 mm.

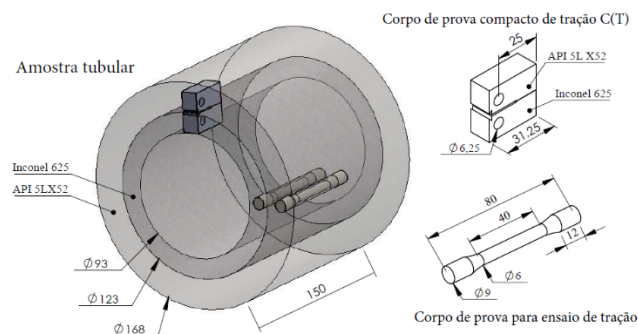


Figura 1. Região de remoção dos corpos de prova na amostra tubular cladeada.

3. RESULTDO E DISCUSSÃO

3.1. Interface

A interface da solda dissimilar em estudo é formada por uma linha de fusão adjacente a um intervalo difuso constituído por uma composição química intermediária entre o metal de base (aço API 5L X52) e o metal de solda (liga de níquel), que será chamada neste trabalho de ZPD (zona parcialmente diluída). A sua dimensão é na ordem de dezenas de micrometros e a sua composição química varia através da interface, como pode ser observado com o auxílio de EDS em linha na Fig. 2.

Estima-se que as concentrações de Ni e Cr na ZPD seja de 20% e 10% em massa, respectivamente, segundo o diagrama de equilíbrio Cr-Ni (Eisenhittenleute, 1993). Para as dadas proporções, apenas a formação de austenita seria esperada. Entretanto, as variações térmicas geradas durante o processo de soldagem são responsáveis por alterações microestruturais e, vinculado a esse fato, modificações nas propriedades mecânicas podem ocorrer (Freitas, 2015). Estudos de Klueh *et al.* (1982), Laha *et al.* (1990) e Nath (1982), reportam a presença de martensita na região soldada, conforme também observamos na Fig. 3, sendo seguida por regiões de crescimento planar e de crescimento colunar do metal de revestimento.

Já a presença de Fe, C e Si nesta região diluída de liga de níquel, advinda do MB, favorece a formação de fase Laves, rica em Fe, e NbC (Saghafifar, 2011) que pode diminuir a tenacidade desta região, o que a torna, portanto, uma zona importante a ser analisada no que diz respeito à tenacidade a fratura do componente.

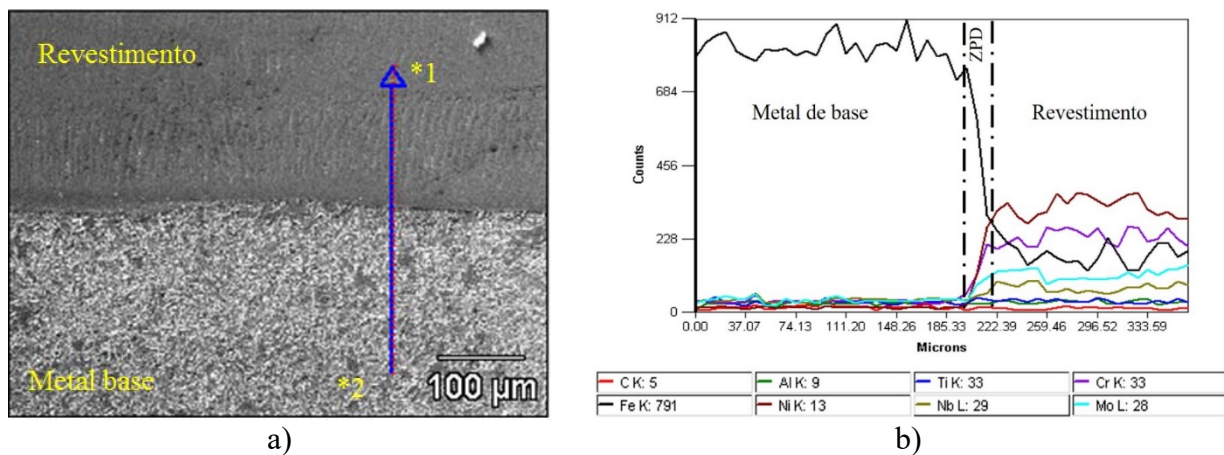


Figura 2. EDS em linha evidenciando a composição química ao longo da interface dissimilar entre o aço API 5L X52 e a liga de níquel Inconel 625. (a) Local de realização do EDS; (b) perfil da composição química.

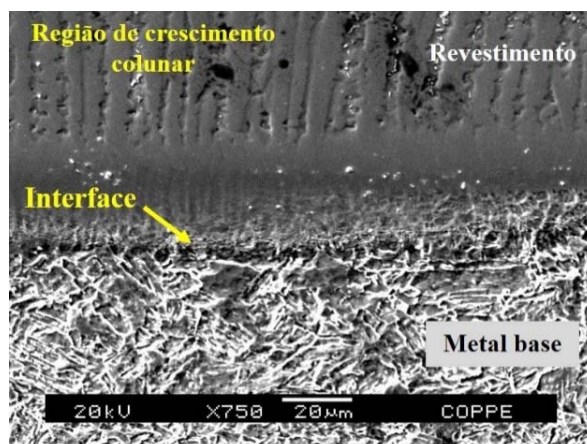


Figura 3. ZPD próxima à interface entre os materiais dissimilares.

3.2. Perfil de Microdureza Vickers

Os resultados de duas varreduras de microdureza são apresentados na Fig. 4. O revestimento de Inconel 625 apresentou microdurezas entre aproximadamente 270 e 310 $HV_{0.5}$, mais elevado que o do aço API 5L X52. Os valores para o revestimento obtidos neste trabalho são próximos aos obtidos por Song *et al.* (2009), a partir do mesmo material (aproximadamente entre 245 e 270 $HV_{0.5}$). O substrato de aço API 5L X52 apresentou microdurezas entre 150 e 260 $HV_{0.5}$. Entretanto, na interface os valores de microdureza Vickers atingiram valores de aproximadamente 320 $HV_{0.5}$. Conforme já citado anteriormente, os ciclos térmicos, causam alterações microestruturais e, conseqüentemente, modificações das propriedades mecânicas (Freitas *et al.*, 2015), o que é enfatizado através do aumento de dureza no revestimento de Inconel 625 em regiões próximas à interface devido à formação de microestrutura martensítica e presença de precipitados, como descrito no item 3.1.

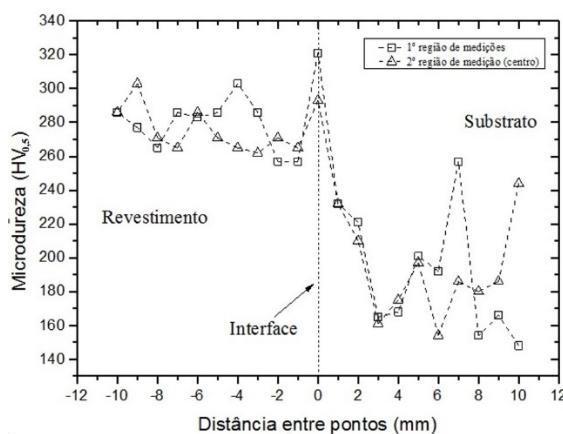


Figura 4. Perfil de microdureza Vickers.

3.3. Ensaio de Tração

Os registros gráficos obtidos do teste de tração dos dois materiais (substrato e revestimento) estão apresentados na Fig. 5. A Tab. 2 apresenta as propriedades mecânicas em tração obtidos dos registros gráficos. Os resultados apresentados na Tab. 2, referente ao substrato (aço API 5L X52) não atingiram aos requisitos mínimos da norma API 5L (2007) no que se refere a tensão limite de escoamento, ficando abaixo em 4,82 % do valor de referência proposto que é 359 MPa. A razão de tal desconformidade pode ser explicada pelo aporte térmico proveniente dos passes de soldagem de metal depositado, onde foram alcançadas temperaturas entre A_{c1} e A_{c3} no substrato próximo à interface, formando assim a ZTA (zona termicamente afetada) (Região 2 (Fig. 6)) que apresenta microestruturas e discontinuidades singulares ao do MB que lhe originou. A microestrutura do MB pode ser vista na Região 1 (Fig. 6), onde apresenta bandejamento formado por uma matriz ferrítica ($Fe-\alpha$) (fase escura) com bandas alternadas de perlita (fase clara), dispostas paralelamente à direção de laminação.

O Inconel 625, por sua vez, apresentou resultados similares aos reportados por Yeni *et al.* (2006) (481 MPa e 858 MPa para escoamento e ruptura, respectivamente).

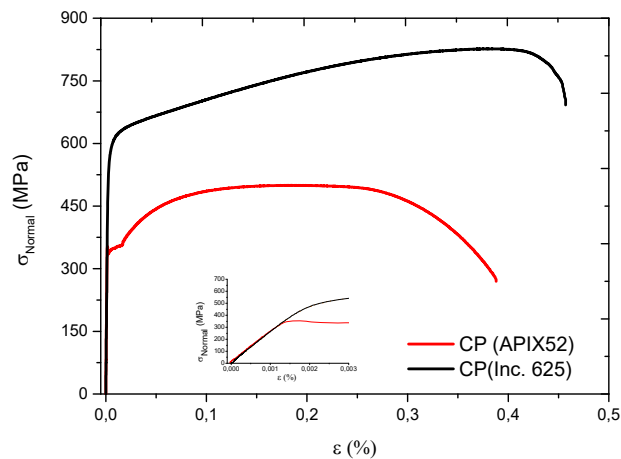


Figura 5. Registro tensão-deformação do substrato (aço API X52) e do revestimento (Inconel 625).

Tabela 2. Resultados dos valores de propriedades mecânicas obtidas no ensaio de tração para corpos de prova cilíndricos.

Materiais	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	E (MPa)
Substrato	$341,68 \pm 3,39$	$511,69 \pm 10,36$	206,1
Revestimento	$558,04 \pm 3,18$	$801,01 \pm 6,99$	205,1

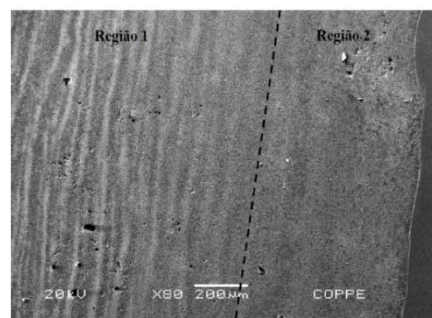


Figura 6. Diferença microestrutural entre a Região 1 (Substrato) e a Região 2 (ZTA).

3.4. Medidas de Dureza Rockwell B

Foram realizadas dez medições de dureza Rockwell B no substrato (Aço API 5L X52) e no revestimento (Inconel 625) e oito na interface, com o objetivo de avaliar quantitativamente do nível de dureza nas três regiões do material por onde a trinca iria se propagar e se essa diferença de valores promoveria ou não mudança no sentido de propagação da trinca. Os resultados desta medição foram de $79,3 \pm 1,1$ HRB no substrato de base, $96,2 \pm 0,98$ HRB no revestimento e $95,87 \pm 0,78$ HRB na interface. Os locais de realização das medições estão mostrados na Fig. 7.

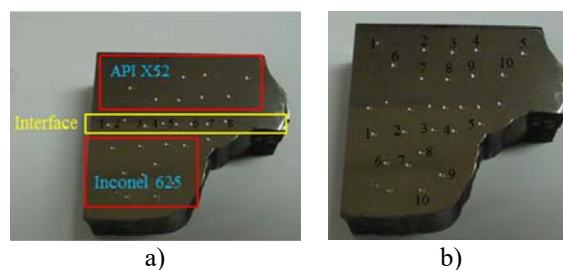


Figura 7. Amostra utilizada no ensaio de dureza Rockwell B: a) detalhes das impressões em cada região; b) detalhes das impressões feitas na amostra.

3.5. CTOD de Carga Máxima (δ_{max})

Os testes para obtenção do parâmetro de fratura elastoplástico CTOD de carga máxima foram obtidos como mostra a Fig. 8 e os resultados destes testes estão apresentados através dos registros gráficos mostrado na Fig. 9.

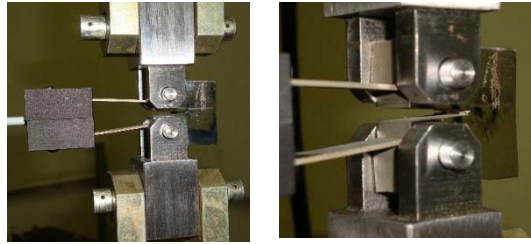


Figura 8. Ensaio de CTOD de carga máxima.

Os registros gráficos obtidos da relação carga *versus* CMOD (P -CMOD) dos dois corpos de prova de tensão compacto (C(T)) bimetalícos, estão apresentados na Fig. 9. Estes registros são típicos de materiais com comportamento elastoplástico e através dos mesmos não foram observados nenhum tipo de instabilidade, tais como pop-ping ou qualquer outra fragilidade presente na interface que comprometesse a integridade mecânica da região em estudo.

Os valores de CTOD de carga máxima (δ_{max}) foram obtidos através do registro gráfico, e estes foram de 0,387 mm para o C(T) 01 e de 0,777 mm para o C(T) 02. Os valores de carga máxima (P_{max}) foram obtidos diretamente do maior valor de carga registrado no gráfico mostrado na Fig. 9 e os valores de foram de 16,642 kN para o C(T) 01 e de 19,091 kN para o C(T) 02.

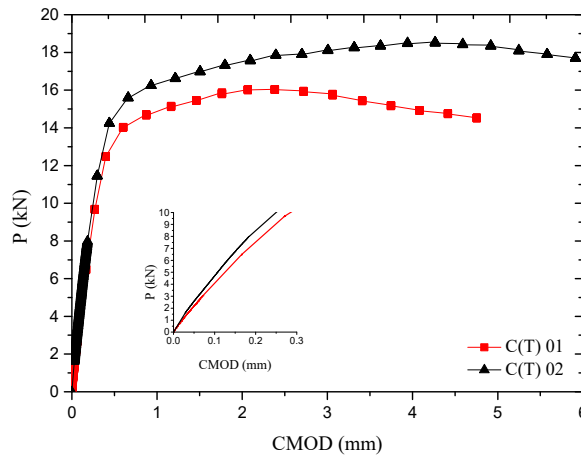


Figura 9. Registro carga - CMOD dos corpos de prova C(T) testados.

3.6. Superfícies de Fratura e Propagação das Trincas

A Fig. 10 mostra a trajetória de propagações nas superfícies de fratura obtidas após a fratura final. Os corpos de prova C(T) 01 apresentou uma propagação de trinca muito integralmente na interface e finalizou o processo na interface e resultou uma curva P-CMOD mais alta (Fig. 9). O C(T) 02 apresentou um crescimento estável de trinca com considerável extensão no revestimento, contudo finalizou o processo na interface e, com isso, resultou curvas P-CMOD mais baixas (Fig. 9).

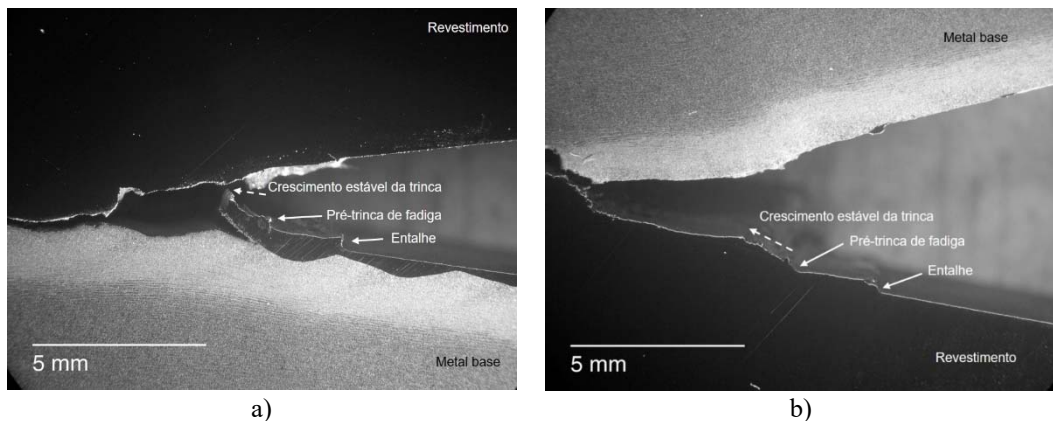


Figura 10. Trajetória da propagação da trinca no plano médio dos corpos de prova C(T). a) C(T) 01; b) C(T) 02.

4. CONCLUSÃO

Os valores de CTOD de carga máxima revelaram que a região da interface apresenta excelente resistência à fratura e alta tenacidade em temperatura ambiente. Nenhuma região de baixa tenacidade foi detectada.

As superfícies de fratura revelaram que as pré-trincas e as trajetórias das trincas durante o crescimento estável ocorreram na interface e no revestimento de Inconel 625, porém as trincas que se propagaram estavelmente no revestimento finalizaram o crescimento na interface, mesmo havendo uma diferença elevada de dureza entre os materiais

5. REFERÊNCIAS

- Abioye T. E, McCartney, D. G., Clare, A. T., 2015, "Laser cladding of Inconel 625 wire for corrosion protection". JIMPT, 217, 232-240.
- American Petroleum Institute, 2007, "Specification for line pipe", ANSI/API specification 5L. 44. ed. Chicago.
- ASTM E1820, 2001, "Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness", New York.
- ASTM E8/E8M, "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials", ASTM, West Conshohocken, USA.
- BS 7448-1, 1991, "Standard for Fracture Mechanics Toughness Tests – Method for Determination of KIC, Critical CTOD and Critical J Values of Metallic Materials", British Standards Institution, London.
- Corona, S. K. E., 2007, "Mechanics of Offshore Pipelines". 1st Edition, Vol. 1, Buckling and Collapse.
- Donachie M. J., Donachie S. J., 2002, "Superalloys: A Technical Guide", 2nd Ed. ASM International.
- Eisenhittenleute, V. D., 1993, Steel: "A Handbook for Materials Research and Engineering". Vol. 2 ed. Berlin: Springer Verlag.
- El-Reedy, M.A., 2012, "Offshore structures: Design, Construction and Maintenance", Gulf Professional Publishing, USA.
- Freitas B B, et al., 2015, "Avaliação da tenacidade ao impacto de um aço c-mn soldado por fricção com pino consumível". 70º Congresso Anual da ABM, ABM WEEK, Rio de Janeiro, RJ. 2015.
- Jambo, H. C. M., Fósforo, S., 2008, "Corrosão-Fundamentos, Monitoramento e Controle". Rio de Janeiro: Editora Ciência Moderna Ltda.
- Jepson, W. P., Stitzel S., Kang C. "Model for sweet corrosion in horizontal multiphase slug flow". Corrosion 97, Paper 602.
- Klueh, R. L., King, J. F., 1982, "Austenitic Stainless Steel-Ferritic Steel Weld Joint Failures". Welding Research Supplement, n. September, p. 302–311.
- Laha, K. et al., 1990, "Creep Behaviour of Post-weld Heat-treated 2. 2 5Cr-1Mo Ferritic Steel Base". Weld Metal and Weldments. Materials Science and Engineering: A, v. 129, p. 183–195.
- Lemos M *et al.*, 2009, "Efeito do esmerilhamento da raiz na vida em fadiga ao ar e em água salina saturada em CO₂ de soldas do aço de alta resistência e baixa liga para aplicação em dutos". COQUET-195.
- Mansour, M., Alfantazi, A. M., Eiboujdaini, M., 2009, "Sulfide stress cracking resistance of API-X100 high strength low alloy steel". Mater. Design 30, pp. 4088–4094.
- Nath, B., 1982, "Welding in Nuclear Engineering". Deutschen Verband fur Schweibtechnik, p. 52–56.
- Saghafifar, H., 2011, "Microstructural stability of a nickel-based alloy overlay on a 2. 25Cr1Mo steel substrate". [s.l. The University of Nottingham.
- Silva, C. C., Miranda, H. C., Motta, M. F., Farias, J. P., Afonso C. R. M., Ramirez, A. J., 2013, "New insight on the solidification path of an alloy 625 weld overlay", JIMRT, 2, 228-237.
- Song, K. H., Nakata, K., 2009, "Mechanical Properties of Friction-Stir-Welded Inconel 625 Alloy", Materials Transactions, v. 50, n. 10 (Sep), pp. 2498-2501.
- Xu L. Y., Li M., Jing H. Y. and Han Y. D., 2013, "Electrochemical Behaviour of Corrosion Resistance of X65/Inconel 625 Welded Joints", Int. J. Electrochem. Sci. 8, 2069 – 2079.
- Zhou, C. S., Zheng, S. Q., Chen, C. F., Lu, G. W., 2013, "The effect of the partial pressure of H₂S on the permeation of hydrogen in low carbon pipeline steel". Corros. Sci. 67, pp. 184 – 192.

6. RESPONSABILIDADE AUTORAL

Os autores vêm por meio deste declarar total responsabilidade pelo conteúdo deste trabalho.

DETERMINATION OF FRACTURE TENACITY IN THE INTERFACE REGION FORMED BETWEEN STEEL API 5L X52 COATED WITH INCONEL 625

Araújo A. A. aldeciraraujo@gmail.com¹
Freitas, B. B. brunabrito Freitas@gmail.com²

¹Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca – CEFET/RJ Campus Maracanã, Av. Maracanã 229, Maracanã, Rio de Janeiro, RJ, Brasil

²Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca – CEFET/RJ Campus Angra dos Reis, Rua do Areal 522, Parque Mambucaba, Angra dos Reis, RJ, Brasil

Abstract. *This study main objective was to determine and compare the crack growth resistance (CTOD-R) of a substrate/cladding interface and the cladding itself of an API 5L X52 steel pipe internally coated with Inconel 625 by multipass automated orbital TIG (GTAW) welding. Compact tension test specimens (C(T)) were obtained from both substrate and cladding and notched at the interface. Complementary tensile tests were carried out individually on substrate and cladding. Rockwell hardness and Microhardness profiles were measured on the clad sample. Microstructural characterization was conducted on the interface region by optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM). Results revealed high fracture toughness and that the fracture process (precrack and stable crack growth) initiated on the interface region. Results also showed that interface high fracture toughness happened without revealing any kind of instability during CTOD tests.*

Keywords: *fracture toughness, CTOD R, substrate/cladding interface*