

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

**CARACTERIZAÇÃO DA INTERFACE DE TUBO BIMETÁLICO CLADEADO
FUNDIDO POR CENTRIFUGAÇÃO.**

João Guilherme Dessi

São Carlos

2015

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

**CARACTERIZAÇÃO DA INTERFACE DE TUBO BIMETÁLICO CLADEADO
FUNDIDO POR CENTRIFUGAÇÃO.**

João Guilherme Dessi

Dissertação apresentada ao Programa
de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais como Requisito parcial à
obtenção do Título de MESTRE EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso

Agência Financiadora: CNPq

São Carlos

2015

Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da Biblioteca Comunitária UFSCar
Processamento Técnico
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

D475c Dessi, João Guilherme
Caracterização da interface de tubo bimetálico
cladeado fundido por centrifugação / João Guilherme
Dessi. -- São Carlos : UFSCar, 2015.
142 p.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de
São Carlos, 2015.

1. Fundição centrífuga. 2. Tubos bimetálicos. 3.
Cladeamento. 4. Caracterização microestrutural. 5.
Caracterização mecânica. I. Título.

DEDICATÓRIA

Esta dissertação dedicada aos meus pais Agnaldo e Marcia, e à minha irmã, Mariana. Vocês são as pessoas mais importantes de minha vida. Se este trabalho foi possível de ser realizado, foi porque vocês estavam presentes em minha vida.

Obrigado por tudo.

VITAE DO CANDIDATO

Graduado em Engenharia de Materiais, com ênfase em Materiais Metálicos pela Universidade Federal de São Carlos (UFSCar).



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato João Guilherme Dessi, realizada em 27/03/2015:

A blue ink signature of Prof. Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso, written in a cursive style.

Prof. Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso
UFSCar

A blue ink signature of Prof. Dr. José Eduardo Spinelli, written in a cursive style.

Prof. Dr. José Eduardo Spinelli
UFSCar

A blue ink signature of Prof. Dr. Rubens Caram Júnior, written in a cursive style.

Prof. Dr. Rubens Caram Júnior
UNICAMP

AGRADECIMENTOS

Ao Senhor Deus, pelo dom da vida e pelas bênçãos concedidas durante todo este período.

Aos meus pais Agnaldo e Marcia, e a minha irmã Mariana, que sempre me apoiaram e me ajudam diariamente com seus exemplos de fé, trabalho e amor.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Conrado Ramos Moreira Afonso que se aproximou de mim antes mesmo de concluir a graduação com o convite para realização de um mestrado juntos, e que sacramentou minha decisão entrar no PPGCEM. Obrigado pela disponibilidade, preocupação, paciência e também contribuições nas análises, interpretações de resultados, sempre me auxiliando com seu conhecimento e experiência. Espero que possamos repetir novamente esta relação e, ao mesmo tempo aprimorá-la em nossa próxima etapa.

À ENGEMASA Engenharia e Materiais LTDA, pela confiança ao ceder os materiais utilizados, bem como seus recursos de equipamentos e laboratórios que tornaram este trabalho possível. Agradeço em especial ao administrador superintendente, Eng. Paulo Roberto Altomani, ao gerente industrial, Eng. Luiz Antonio M. Ferreira, e ao responsável pelo Laboratório de Desenvolvimento e Controle de Processos, Dr. Antonio Rafael Andrade, que desde o início do trabalho confiaram em mim e me deram total suporte.

Aos novos amigos que fiz na ENGEMASA e no Laboratório de Desenvolvimento e Controle de Processos, Cleiton Camacho, Celso Donizetti de Souza Filho, Gabriel Duarte da Silva Pinheiro, Luiz Henrique Bonazzi, André A. A. Vilar, Danilo Durigan, Carlos Atássio, Diego Martins, Chan Chao Xin, Daniel Guarnieri, Marcelo Colosso, Lígia Pereira e Vera. Obrigado por me acolherem como um de vocês, pela ajuda com as preparações de amostras e nos ensaios mecânicos, nas discussões e correções sobre o trabalho, pelas conversas divertidas nos almoços juntos e também pelas conversas fora do ambiente de trabalho. Vocês também são responsáveis pela realização deste trabalho.

Aos amigos do Laboratório de Soldagem e Solidificação, Bismarck Luiz Silva, Francisco Coury, Ernesto David González, Leonardo Gomes, Tadeu Jimenez, Vitor Covre, Gustavo Moreno, Pedro Deghaid Pereira, Caio Turssi e Mateus Gandolfi. Obrigado pela ajuda com os ensaios e análises, correções no trabalho, e também com convivência alegre no laboratório e conversas no café.

Aos amigos do Laboratório de Caracterização Estrutural: Maria Helena Racy, Vitor Mendes, Renato Stronzi, Eduardo Segantin, Leandro Cardili, Michelle Mendes, Diego Coimbra e Manoel Denari, pelas ajudas na preparação de amostras e na operação dos equipamentos e microscópios.

Ao Prof. Dr. Michael J. Kaufman, da Colorado School of Mines, pela ajuda com as análises e operação no microscópio eletrônico de transmissão, na aquisição de literatura, e pelas divertidas conversas no intervalo das aulas, durante sua estadia em São Carlos.

À Braulio Soares Archanjo, do INMETRO-RJ, pela preparação de amostras de FIB e pela análise de EBSD.

Aos grandes irmãos e amigos na fé da paróquia São José e da Legião de Maria de São Carlos, presentes na minha vida desde 2005, e que me ajudaram a crescer como ser humano através de nossa convivência comunitária, fraterna e espiritual.

Deus ilumine e abençoe a todos. Obrigado por tudo.

Graças e louvores sejam dadas a Deus, Nosso Senhor Jesus Cristo e Sua e nossa Mãe, Maria.

RESUMO

Tubos bimetálicos representam uma solução de redução de custos em tubulações para a indústria de óleo e gás, pois combinam dois materiais de características distintas na confecção dos tubos: um aço ARBL, que compõe a parte externa do tubo, conferindo resistência mecânica e tenacidade, e uma liga resistente à corrosão (*CRA*), compondo a parte interna do tubo. Tubos bimetálicos podem ser fabricados por fundição centrífuga, conferindo uma união metalúrgica entre os materiais constituintes (cladeamento). O objetivo do trabalho foi avaliar a interface de um tubo bimetálico cladeado produzido por fundição por centrifugação, onde o tubo externamente é fabricado em aço ARBL (API 5L X65Q) e internamente em uma liga de Ni-Cr-Mo (Inconel 625), com o vazamento das duas ligas constituintes ocorrendo pelo mesmo lado do molde rotatório. Devido à perda de temperatura ao longo do molde durante o vazamento da liga, ocorreu erosão excessiva no aço no lado do vazamento do tubo (lado mais quente) e pouca erosão apreciável no lado oposto (mais frio), onde o acúmulo de defeitos impediu um cladeamento adequado nesta região. Esta erosão promoveu um aumento no teor de Fe da *CRA*. A microestrutura do aço na interface das regiões onde o cladeamento ocorreu de modo satisfatório foi composta por uma região descarbonetada, com bainita de baixo carbono adjacente à interface e ferrita poligonal presente mais distante da interface. Foi possível compatibilizar o tratamento de solubilização à 1200°C/1h da *CRA* e o tratamento de têmpera e seguido de revenimento, necessário ao aço para garantir as propriedades mecânicas descritas pela norma API 5L e 5LD, sem que ocorresse envelhecimento da *CRA*. O tratamento revenimento mais adequado foi determinado como sendo 650°C/1h, segundo os ensaios mecânicos realizados na seção do meio do tubo bimetálico e comparados a um tubo monocamada em aço API 5L X65Q de referência.

INTERFACE CHARACTERIZATION OF CENTRIFUGAL CASTED CLAD BIMETALLIC PIPE

ABSTRACT

Bimetallic pipes represent a solution for cost reduction to pipelines in the oil and gas industry, because they combine two materials with distinct characteristics in the pipe manufacturing: a HSLA steel, constituting the external part of the pipe, providing mechanical strength and toughness, and a corrosion resistant alloy (CRA), constituting the internal part of the pipe. Bimetallic pipes can be manufactured by centrifugal casting, which gives a metallurgical bonding between the constituent materials (cladding). The objective of this work was to evaluate the interface of a bimetallic clad pipe produced by centrifugal casting, where the pipe was manufactured externally in HSLA steel (API 5L X65Q) and internally in a Ni-Cr-Mo alloy (Inconel 625) by pouring the two constituent alloys at the same side of the spinning mold. Due the temperature loss along the mold length during the CRA pouring, occurred excessive erosion in the steel close to pouring side of the pipe (hotter side) and just a little appreciable erosion close to the opposite side (colder side), where the defects accumulation prevented a suitable cladding in this region. This erosion promoted an increase of the Fe content of CRA. The as-cast microstructure of the steel in the regions where a satisfactory cladding have been observed in the interface was composed by a decarburized region with the presence of low-carbon bainite adjacent to the interface and polygonal ferrite farther from it. It was possible to combine the solubilization treatment at 1200°C/1h for the CRA and quench treatment followed by tempering necessary to ensure the mechanical properties of the steel as described by the API 5L and 5LD standards, without the occurrence of aging at the CRA. The most suitable tempering treatment have been determined at 650°C/1h, according to the mechanical tests performed at the half-length section of the bimetallic pipe and compared with a monolayer API X65Q pipe as reference.

PUBLICAÇÕES

J.G. Dessi, A.R. Andrade, C.R.M. Afonso. **Propriedades de Tubos Bimetálicos Revenidos de Aço API 5L / Inconel 625 Cladeados Por Centrifugação.** ECEM-SanCas 2013 – 1º Encontro de Ciência e Engenharia de Materiais de São Carlos: Energia, Sustentabilidade e Inovação. 27 a 29 de Novembro de 2013, São Carlos – SP. (Publicado como artigo completo nos anais do congresso)

J.G. Dessi, A.R. Andrade, C.R.M. Afonso. **Caracterização microestrutural da interface de tubo bimetálico centrifugado.** 69º Congresso Anual da ABM – Internacional e ao 14º ENEMET - Encontro Nacional de Estudantes de Engenharia Metalúrgica, de Materiais e de Minas, 21 a 25 de julho de 2014, São Paulo, SP, Brasil. (Publicado como artigo completo nos anais do congresso)

ÍNDICE DE ASSUNTOS

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT.....	vii
PUBLICAÇÕES.....	ix
SUMÁRIO.....	xi
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xv
ÍNDICE DE TABELAS.....	xxiii
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES.....	xxv
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 OBJETIVOS.....	3
3 REVISÃO DA LITERATURA.....	5
3.1 Ligas para tubos e dutos para óleo e gás.....	5
3.1.1 Aços alta resistência baixa liga (ARBL) para tubos.....	5
3.1.2 Especificação API 5L.....	7
3.1.3 Ligas resistentes à corrosão.....	9
3.1.4 Liga (Inconel) 625.....	10
3.2 Tubos para a indústria de óleo e gás.....	17
3.2.1 Tubos bimetálicos.....	22
3.2.2 Processos tradicionais de produção de tubos cladeados.....	27
3.3 Fundição centrífuga horizontal.....	33
3.3.1 Equipamento.....	36
3.3.2 Parâmetros do processo.....	39
3.3.3 Solidificação e microestrutura típicas de produtos centrifugados.....	47

3.3.4 Tubos bimetálicos centrifugados	50
4 MATERIAIS E MÉTODOS	53
4.1 Seleção das ligas utilizadas como <i>backing steel</i> e como <i>CRA</i>	53
4.2 Produção dos tubos avaliados	54
4.2.1 Tubo bimetálico	54
4.2.2 Tubo monocamada API 5L X65Q.....	58
4.3 Retirada de amostras dos tubos.....	59
4.4 Tratamentos térmicos aplicados aos tubos	60
4.5 Caracterização microestrutural na interface do tubo bimetálico	62
4.5.1 Microscopia ótica (MO)	62
4.5.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	63
4.5.3 Microscopia eletrônica de transmissão (TEM e STEM).....	64
4.5.4 Difração de raios-X (DRX).....	65
4.6 Caracterização mecânica dos materiais dos tubos e da interface	65
4.6.1 Ensaio de tração	66
4.6.2 Ensaio de impacto Charpy	68
4.6.3 Ensaio de dureza.....	69
4.6.4 Ensaio de dobramento	70
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	75
5.1 Caracterização microestrutural do tubo bimetálico bruto	75
5.1.1 Macroestrutura e microestrutura do tubo bimetálico bruto	75
5.1.2 Microestrutura do materiais constituintes do tubo bimetálico bruto	77
5.2 Caracterização da interface do tubo bimetálico bruto	90
5.2.1 Microscopia ótica.....	90
5.2.2 Microdureza.....	92
5.2.3 Microscopia eletrônica de Varredura.....	95

5.2.4 Análise combinada de difração de elétrons retro-espalhados (EBSD) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS)	105
5.2.5 Microscopia eletrônica de transmissão (CTEM e STEM).....	108
5.3 Caracterização mecânica e microestrutural do tubo segundo os tratamentos térmicos para o <i>backing steel</i>	116
5.3.1 Efeito do tratamento de solubilização no <i>backing steel</i>	116
5.3.2 Ensaio de tração longitudinal de corpos de prova solubilizados e revenidos	118
5.3.3 Variações microestruturais no <i>backing steel</i> com os tratamentos térmicos	124
5.3.4 Variação da dureza dos materiais constituintes do tubo bimetálico com os tratamentos térmicos	128
5.3.5 Tenacidade ao impacto do <i>backing steel</i> com os tratamentos térmicos ..	129
5.3.6 Dobramento de corpos de prova do tubo monocamada e do tubo bimetálico	130
6 CONCLUSÕES.....	133
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	135
8 REFERÊNCIAS	137

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. (a) Microestrutura bruta de solidificação (produzida por soldagem) típica da liga 625 [13]. (b) Fases mais tipicamente encontradas na liga 625, em destaque [14].	12
Figura 2. (a) Visão esquemática de vários caminhos de solidificação da liga 625. (b) Diagrama de solidificação de pseudo-equilíbrio ternário para a liga 718. Adaptado de [15].	13
Figura 3. Variação da tensão de escoamento a 650°C com a fração total de fases endurecedoras γ' e γ'' , para algumas ligas comumente utilizadas em discos de turbina. Adaptado de [10].	14
Figura 4. Efeito do conteúdo de níquel e de molibdênio na resistência à corrosão de ligas comerciais selecionadas. Adaptado de [11].	16
Figura 5. Desenho esquemático do processo de produção de tubos SAW por processo UOE [20].	18
Figura 6. Macrografias mostrando o cordão de solda e zonas afetadas termicamente produzidas pelo processo SAW na seção transversal de um tubo de 30 in de diâmetro e 40 mm de espessura, produzido por UOE [17].	19
Figura 7. Desenho esquemático do processo de laminação com mandril. Adaptado de [21].	20
Figura 8. Desenho esquemático do processo de laminação de plugue. Adaptado de [21].	21
Figura 9. Desenho esquemático do processo de hidroconformação de tubos bimetálicos <i>lined</i> (a) e do processo de selamento do <i>liner</i> no tubo. Adaptado de [29].	24
Figura 10. Perfis de concentração de diferentes elementos próximos a interface em amostras de aço AISI 4130 e Inconel 625 cladeados por compressão à quente em duas temperaturas distintas: (a) 900°C e (b) 1050°C [30].	26
Figura 11. Desenho esquemático da <i>Roll bonding process</i> : (a) pacote de 4 camadas de clad montado, (b) laminação à quente do pacote e (c) separação final das placas. Adaptado de [25].	27
Figura 12. Desenho esquemático do processo de soldagem explosiva. Adaptado de [26].	28

Figura 13. Interface tipicamente encontrada em materiais soldados por EXW. Inconel 625 e aço ASTM A517, velocidade de detonação 3100 m/s, distância de separação de 4 mm. Adaptado de [32].	29
Figura 14. Microestruturas próximas à interface de um tubo co-extrudado constituído de Sanicro 28 e aço A210 grau 1. (a) Lado do Sanicro 28, (b) lado do aço A210 e (c) perfis de concentração próximos à interface [33].	32
Figura 15. Micrografia eletrônica de varredura mostrando inclusões de óxidos na interface de um tubo co-extrudado de aço T11 e aço inox 310 [31].	32
Figura 16. Sequencia típica de um processo de centrifugação.	35
Figura 17. Desenho esquemático de um equipamento convencional de fundição centrífuga horizontal. Adaptado de [39].	37
Figura 18. (a) Equipamento de centrifugação para escala piloto, que produz tubos de no mínimo 355 mm de comprimento e diâmetro externo mínimo de 51 mm. (b) Equipamento de centrifugação para escala industrial, sem encapsulamento, que produz tubos de 5,4 m de comprimento e diâmetro externo entre 76 e 451 mm, mostrado aqui sem o molde [37]	39
Figura 19. Desenho esquemático representando o fenômeno do <i>raining</i> . Adaptado de [34].	41
Figura 20. Simulação numérica com baixa rugosidade superficial (à esquerda), com fluxo instável de líquido e simulação numérica com rugosidade adequada, mostrando líquido fluindo de forma estável [40].	42
Figura 21. Distribuição simulada de temperatura durante o preenchimento do tubo, vista pela frente. O líquido quente sendo vazado (coloração vermelha) é distribuído ao longo do interior do molde cilíndrico devido à sua rotação [40]. ...	43
Figura 22. Relação entre velocidade de rotação, diâmetro e força centrífuga expressa em G's [36].	45

Figura 23. Estruturas típicas encontradas em ligas ferrosas centrifugadas. (a) Camada colunar fina, seguida de grãos colunares grandes, orientados e, por fim, uma zona de grãos equiaxiais, mais comum. (b) Estrutura constituída completamente por grãos equiaxiais. (c) Estrutura bandeada de grãos equiaxiais de várias faixas de tamanhos. Adaptado de [35].	47
Figura 24. Efeito do material do molde na estrutura do tubo: o molde de grafite, mais condutivo que o ferro fundido, diminui o comprimento relativo da região de grãos colunares [41].	48
Figura 25. Influência do campo eletromagnético aplicado no comprimento da zona colunar. Adaptado de [42].	49
Figura 26. Desenho esquemático da produção de tubos bimetálicos por centrifugação. Adaptado de [34].	50
Figura 27. Regiões analisadas no tubo bimetálico.	57
Figura 28. Metodologia para a retirada de amostras dos tubos: (a) Posição da amostra orientada longitudinalmente no tubo antes de ser retirada; (b) amostra longitudinal para tratamentos térmicos (ou avaliação do tubo no estado bruto); (c) amostra embutida em resina, com a região transversal do tubo orientada para observação, para análise microestrutural; (d) corpo de prova de ensaio mecânico já usinado.	60
Figura 29. Bucha do tubo monocamada pronta para ser cortada em tiras (à esquerda) e tira do tubo bimetálico, retirada do meio do tubo (à direita).	60
Figura 30. Forno mufla utilizado para os tratamentos térmicos (a), (b) registrador de temperaturas para controle do tratamento e (c) tiras de tubo monocamada após tratamento de revenimento.	61
Figura 31. (a) Cortadeira <i>cut off</i> Arotec Arocor 40. (b) Embutideira Arotec PRE 30M.(c) Microscópio ótico Olympus, modelo BX41M-LED.	62
Figura 32. Microscópio Philips, modelo XL-30 FEG (à esquerda) e microscópio FEI, modelo Inspect S50 (à direita).	63
Figura 33. Microscópio Philips, modelo CM120 (esquedada) e microscópio FEI, modelo Tecnai G2 F20 (direita).	65

Figura 34. Vista lateral de corpo de prova ASTM E8 número 2 Tipo II, usinado a partir de uma tira longitudinal de tubo monocamada bruto.	66
Figura 35. Corpo de prova ASTM E8 número 2 Tipo II, usinado a partir de uma tira longitudinal do tubo bimetálico bruto. À esquerda, vista lateral. À direita, vista de topo.	67
Figura 36. Máquina universal de ensaios Mohr-Federhaff-Losenhausen, modelo 6800.	68
Figura 37. Equipamento de ensaio de impacto Frank, modelo 580M. Carga do pêndulo de 30 kg.	69
Figura 38. Microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-G 20ST.	70
Figura 39. Corpo de prova de seção transversal retangular utilizado para o ensaio de dobramento, do tubo monocamada (a) e bimetálico (b). Vista da face de 11 mm.	71
Figura 40. Máquina universal de ensaios Frank, modelo UPM 70 (esquerda) e montagem do sistema cutelo e matriz de dobramento na máquina (direita).	72
Figura 41. Sequência do ensaio de dobramento de um corpo de prova do tubo bimetálico.	73
Figura 42. Macrografias das mesmas amostras utilizadas nos ensaios de líquidos penetrantes, atacadas de forma a revelar a CRA. Ataque: Água régia a 80°C...	75
Figura 43. Ensaios de líquido penetrante nas seções transversais das três posições analisadas.	77
Figura 44. Micrografias das regiões da interface nas diferentes posições do tubo próximas à interface do tubo. Ataque: Nital 2%.	78
Figura 45. MO mostrando contornos de grãos austeníticos colunares (alongados) no interior do <i>backing steel</i> , decorados com ferrita de Widmanstätten (a). Imagem de maior magnificação da ferrita de Widmanstätten no antigo contorno de grão austenítico. Ataque: Nital 2%.	79
Figura 46. Imagens de MEV mostrando exemplos de perlita convencional (P) e perlita degenerada (P') no <i>backing steel</i> nas três regiões analisadas do tubo bimetálico (lado vazado: A e B; meio do tubo: C e D; lado oposto: E e F).	81
Figura 47. Imagem de MO da microestrutura dendrítica da CRA nas três regiões analisadas do tubo. Ataque: Água régia.	82

Figura 48. Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados (BSE) revelando segregação química ao redor dos precipitados interdendríticos (amostra do lado oposto – sem ataque).	83
Figura 49. Mapeamento por EDS dos elementos constituintes principais da CRA nos precipitados interdendríticos na amostra do lado vazado do tubo bimetalico.	84
Figura 50. DRX da superfície externa (<i>backing steel</i>) de uma amostra do meio do tubo bimetalico bruto.....	86
Figura 51. DRX da superfície interna (CRA) de uma amostra do meio do tubo bimetalico bruto.....	87
Figura 52. Espaçamento dendrítico secundário médio da CRA das três regiões analisadas do tubo bimetalico.....	89
Figura 53. Durezas médias medidas nos materiais constituintes do tubo bimetalico bruto, nas três regiões medidas, à 2 mm da interface. Carga utilizada de 2,0 Kgf.	90
Figura 54. Imagem de MO da região empobrecida de carbonetos no <i>backing steel</i> adjacente à interface, nas três regiões analisadas do tubo bimetalico bruto.	91
Figura 55. Imagens de MO das reentrâncias no <i>backing steel</i> , próximas à interface (esquerda) e segregações próximas as descontinuidade paralela à interface (direita), na amostra do lado oposto ao vazamento.	92
Figura 56. Perfil de microdureza (carga de 300gf) ao longo da espessura do tubo bimetalico bruto nas três diferentes regiões analisadas. Em destaque os pontos medidos no aço mais próximos da interface com a CRA.....	93
Figura 57. Perfil de microdureza de 100 µm até a interface, passando por ambos os materiais contituintes, nas amostras das três regiões analisadas do tubo.....	95
Figura 58. Imagens de MEV das interfaces entre os materiais constituintes do tubo bimetalico nas três regiões analisadas.	96
Figura 59. Perfis de concentração relativa (“ <i>linescan</i> ”) dos elementos principais próximos à interface, determinados por EDS em MEV. A largura da imagem de MEV = 56 µm.	98

Figura 60. Imagem de MEV mostrando reentrâncias preenchidas na interface do tubo bimetalico bruto, amostra do lado oposto ao vazamento. Ataque: Nital 2%.	100
Figura 61. Mapeamento elemental por de EDS da região apresentada na Figura 60.	101
Figura 62. Imagem de MEV mostrando ilha de segregação na CRA, próxima à interface, amostra do lado oposto do tubo bimetalico (esquerda). Espectro de EDS dos elementos presentes na ilha de segregação (direita).....	102
Figura 63. Imagem de MEV mostrando linhas de segregação na CRA próximas da interface, na amostra do lado oposto do tubo bimetalico (esquerda). Espectro de EDS dos elementos presentes na linha de segregação (direita).....	102
Figura 64. Mapeamento elemental por EDS da região apresentada na Figura 62.	103
Figura 65. Mapeamento elemental por EDS da região apresentada na Figura 63.	104
Figura 66. Análise de EBSD da amostra do meio do tubo: IQ – <i>Image quality</i> , IPF – Figura de polos inversos, MEV – imagem de varredura, mapeamento de fases e EDS dos principais elementos constituintes, à esquerda. À direita, as imagens das análises foram sobrepostas ao mapa IQ.	107
Figura 67. Imagens de STEM das amostras produzidas por FIB. Comprimento da amostras de aproximadamente 12 μm	108
Figura 68. Imagens de STEM da amostra preparada por FIB do lado vazado: (a) imagem de STEM com detector de campo escuro anular (ADF) mostrando a visão geral da amostra; (b) detalhe do lado da CRA mostrando concentração de discordâncias próximas à interface; (c) detalhe a interface entre a CRA e a região de grãos finos (campo escuro) e (d) fronteira entre grãos finos e grossos no aço (campo claro).....	109

- Figura 69. Imagens de STEM da amostra preparada por FIB do meio do tubo: (a) imagem de STEM com detector de campo escuro (DF) mostrando a visão geral da amostra; (b) detalhe do lado da CRA mostrando concentração de discordâncias próximas à interface (campo claro). Imagens de CTEM: (c) Interface entre a CRA e a região de grãos finos (campo claro) e (d) imagem de campo escuro centralizado (CDF) da região de grãos finos. 110
- Figura 70. Imagens de CTEM (campo claro) da interface entre o *backing steel* e a CRA (a) e do *backing steel* mais afastado da interface (b), com os padrões de difrações de elétrons de área selecionada e suas origens indicadas. Amostra do meio do tubo. 112
- Figura 71. Perfil composicional de Fe, Cr e Ni em linha (*linescan*) determinado por EDS em STEM, nas amostras preparadas por FIB. Tamanho da linha analisada: 11.200 nm. 114
- Figura 72. Microestrutura do *backing steel* solubilizado: (a) MO próxima a interface; (b) MO mostrando grão austenítico anterior; (c) MEV mostrando ferrita acicular dentro do grão austenítico anterior; (d) MEV região da interface entre os materiais constituintes. 117
- Figura 73. Curvas de propriedades mecânicas medidas no ensaio de tração longitudinal em função da temperatura de revenimento (por 1h, seguido de resfriamento ao ar) para o tubo monocamada em API 5L X65Q, solubilizado à 1200°C/1 h, seguido de resfriamento em ar calmo. 119
- Figura 74. Curvas de propriedades mecânicas medidas no ensaio de tração longitudinal em função da temperatura de revenimento (por 1h, seguido de resfriamento ao ar) para o tubo bimetálico, solubilizado à 1200°C/1 h, seguido de resfriamento em ar calmo. 120
- Figura 75. (a) Aspecto da fratura de um dos corpos de prova de tração do tubo bimetálico, solubilizado à 1200°C/1h, (b) na região da interface, (c) na região do *backing steel* e (d) na região da CRA. 123
- Figura 76. (a) Aspecto da fratura de um dos corpos de prova de tração do tubo bimetálico, revenido em 650°C, (b) na região da interface, (c) na região do *backing steel* e (d) na região da CRA. 124

Figura 77. Imagens de MO das microestruturas das amostras do tubo monocamada de API 5L, solubilizadas à 1200°C por 1h, temperadas em água, e revenidas em diferentes temperaturas. Imagens retiradas da secção transversal, à metade da espessura de parede do tubo. Ataque: Nital 2%.	126
Figura 78. Microestruturas das amostras do tubo bimetálico, solubilizadas à 1200°C por 1h, temperadas em água, e revenidas em diferentes temperaturas. Imagens retiradas da secção transversal, à meio raio, próximo à interface Ataque: Nital 2%.	127
Figura 79. Durezas dos materiais constituintes do tubo bimetálico, à 2 mm da interface, nas condições solubilizados e solubilizados e revenidos em diferentes temperaturas.	129
Figura 80. Energias absorvidas médias no ensaio de impacto Charpy com entalhe em V, à 0°C, solubilizados e revenidos em diferentes temperaturas....	130
Figura 81. Resultados dos ensaios de dobramento à frio de corpos de prova de dobramento, solubilizados e revenidos à 650°C, do tubo monocamada e do tubo bimetálico.	131

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Principais efeitos dos elementos de liga dos aços ARBL para tubulações. Adaptado de [3]	6
Tabela 2. Classes e especificações de tubos, juntamente com suas aplicações típicas [4].	9
Tabela 3. Combinações de materiais utilizadas na fabricação de tubos bimetálicos fundidos por centrifugação. Adaptado de [35].....	52
Tabela 4. Composição química para tubo PSL 2, especificação X65Q, segundo a norma API 5L.	53
Tabela 5. Composição química da liga Ni-Cr-Mo 625 [9].....	54
Tabela 6. Composições químicas dos materiais constituintes do tubo bimetálico, amostras coletadas na panela, antes do vazamento.	55
Tabela 7. Parâmetros do processo de centrifugação do tubo bimetálico.....	56
Tabela 8. Composição química do tubo monocamada de API 5L X65Q, amostra coletada na panela, antes do vazamento.	58
Tabela 9. Parâmetros do processo de centrifugação do tubo monocamada.	59
Tabela 10. Análise semi-quantitativa de EDS do CRA em diferentes posições do tubo.....	76
Tabela 11. Composição de elementos (% at.) medidas por EDS de precipitados interdendríticos, nas três regiões analisadas do tubo bimetálico bruto.....	88
Tabela 12. Teores de Ni e Cr mensurados por EDS no <i>backing steel</i> a diferentes distâncias da interface e as fases esperadas de acordo com o diagrama de Schaeffler. Amostras do lado vazado e do meio do tubo.....	115
Tabela 13. Propriedades em tração dos corpos de prova bimetálicos nas condições brutos e solubilizados.	118

SÍMBOLOS E ABREVIações

API – *American Petroleum Institute* (Instituto Americano do Petróleo)

ARBL – aço alta resistência baixa liga

ASTM – *American Society for Testing Materials*

CCC – Cúbica de corpo centrado

CFC – Cúbica de face centrada

CRA – *Corrosion resistant alloy* (liga resistente à corrosão)

CTEM – *Conventional Transmission Electron Microscopy* (Microscopia eletrônica de transmissão)

DIN – *Deutsches Institut für Normung* (Instituto Alemão para Padronização)

DRX – Difração de Raios-X

EBSD – *Electron Backscattering Diffraction* (difração de elétrons retro-espalhados)

EDS – *Energy Dispersive Spectroscopy*

EXW - *Explosive Welding* – soldagem por explosão

FIB – *Focused ion beam* (feixe de íons focados)

G – múltiplos da força gravitacional

HAZ - *Heat-affected zone* (zona afetada pelo calor)

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

MIG – *Metal Inert Gas*

MO – Microscopia óptica

PSL 1 – *product specification level 1* (especificação de produto nível 1)

PSL 2 - *product specification level 2* (especificação de produto nível 2)

SADP – *Selected Area Diffraction Pattern* (Padrão de difração de area selecionada)

SAW – *submerged arc welding* (soldagem por arco submerso)

STEM – *Scanning Transmission Electron Microscopy* (Microscopia eletrônica de transmissão varredura)

TFP - *tight-to-fit pipes*

TFT- *tight-to-fit tubes*

TIG – *Tungsten Inert Gas*

UNS – *Unified Number System* (Sistema unificado de números)

UOE – processo U-ing, O-ing, Expansion

TCC – Tetragonal de corpo centrado

TEM – *Transmission Electron Microscopy* (Microscopia eletrônica de transmissão)

λ_2 – Espaçamento dendrítico secundário

1 INTRODUÇÃO

A indústria de petróleo e gás demanda grandes volumes de materiais metálicos para aplicação em suas diversas áreas, como prospecção, transporte e processamento dos subprodutos do petróleo e gás. Quanto mais a busca por novas reservas se intensifica, tanto em exploração em águas profundas, como em áreas de extração ainda pouco exploradas com as reservas do pré-sal, ainda maiores volumes de materiais são demandados. A alta demanda instigou a melhoria dos materiais existentes e o desenvolvimento de novos materiais, de forma a permitir a redução do volume de materiais aplicados, sem prejuízo na resistência e desempenho dos equipamentos e das estruturas, e além da redução de custos, mediante a economia de material. Neste contexto, os aços alta resistência baixa liga (ARBL) são muito empregados em tubulações de transporte tanto em aplicações *onshore* (em terra firme), quanto em aplicações *offshore* (em aplicações de plataformas em alto mar).

Em muitas ocasiões, as ligas resistentes à corrosão, por serem materiais de elevada resistência a ambientes agressivos, devem ser aplicados ao invés dos aços ARBL, de forma a se obter tempos de vida satisfatórios dos equipamentos e tubulações aplicadas em tais condições de trabalho, como por exemplo, ambientes com altas concentrações de cloretos, elevado pH, ou até mesmo altas concentrações de H₂S, substância comumente encontrada no petróleo. Entretanto, materiais de maior desempenho frente a tais ambientes agressivos apresentam custos consideravelmente mais elevados, de forma que, sua aplicação extensiva pode se tornar inviável.

Tal empecilho de aplicação estimula a busca, não só de melhorias incrementais de materiais existentes e de desenvolvimento de novos materiais com melhores custos benefícios, como já mencionado, como também a utilização mais racional destes materiais, como por exemplo, a utilização combinada de materiais, com propriedades distintas e que se complementam.

Tubos bimetálicos são um grande exemplo desta ideia de uso racional de materiais, onde uma liga mais barata e de maior resistência e tenacidade é

utilizado como material de suporte do tubo, sendo então responsável por conferir a resistência mecânica necessária ao equipamento para resistir as solicitações de impostas a ele, tais como: pressão interna do fluido a ser transportado em seu interior, a pressão externa do ambiente, ou até mesmo as cargas impostas pela estrutura a qual a tubulação está conectada. No interior do tubo é aplicado um pequeno volume de liga resistente à corrosão, que ficará em contato com o fluido transportado pelo tubo, e em quantidade suficiente para isolar o material externo do tubo do fluido sendo transportado. Com isso, a fração de material mais nobre utilizado pode ser bastante reduzida, mantendo-se o desempenho satisfatório da tubulação.

2 OBJETIVOS

Os objetivos desta dissertação de mestrado foram a caracterização microestrutural e mecânica do tubo bimetálico cladeado, produzido por fundição centrífuga, constituído externamente em aço ARBL API 5L X65Q e internamente na liga Ni-Cr-Mo (Inconel) 625, visando aplicações em equipamentos da indústria do petróleo e gás.

Com este intuito o trabalho foi dividido em três frentes:

i) Caracterização microestrutural dos materiais base do tubo bimetálico na condição bruto de fundição (o *backing steel*, em aço API 5L X65Q e a *CRA*, originalmente em Inconel 625), em três regiões distintas ao longo do comprimento do tubo (no lado do vazamento, no meio do tubo e no lado oposto ao vazamento);

ii) Caracterização microestrutural e mecânica da interface entre o *backing steel* e a *CRA*, também entre as três regiões distintas do tubo bimetálico.

iii) Caracterização microestrutural e mecânica dos materiais dos tubos em função dos tratamentos térmicos aplicados (solubilização e revenimento), tendo como meta a adequação dos tubos bimetálicos com relação às normas API 5L (que diz respeito ao *backing steel*) e 5LD (que diz respeito à tubos bimetálicos cladeados e *lined*). Para isto, foi utilizado como referência um tubo centrifugado constituído somente em aço API 5L X65Q (monocamada).

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Ligas para tubos e dutos para óleo e gás

3.1.1 Aços alta resistência baixa liga (ARBL) para tubos

Os materiais mais utilizados na construção de tubulações para a indústria de óleo e gás são os aços alta resistência baixa liga (ARBL), também chamados de aços microligados, por apresentarem melhor relação resistência-peso que os aços-carbono convencionais. Diferente dos aços mais ligados, os ARBL são projetados para atingirem resistências mecânicas mais específicas, ao invés de se enquadrarem em uma faixa de composição química específica. Apresentam teores de carbono baixos variando entre 0,05 e 0,25% em peso, além de um percentual em peso máximo de 2,0% de manganês [1], garantindo assim boa conformabilidade e boa soldabilidade a essa classe de aços [2].

As altas resistências atingidas por esses aços frente aos convencionais são conferidas por microadições, menores que 0,10% em peso, de elementos como o nióbio, vanádio, titânio, molibdênio, que permitem elevar a resistência e tenacidade destes aços, sem comprometimento de sua soldabilidade, propriedade muito importante para alguns processos de fabricação de e união de tubos, devido ao efeito sinérgico destes elementos de microadições [3].

Os aços microligados apresentam uma clara vantagem quando processados por processos termomecânicos controlados, como, por exemplo, a laminação à quente controlada, uma vez que os elementos de microadição permitem alterar as faixas de temperaturas de recristalização, suprimi-las (mediante a precipitação de carbonetos, nitretos e carbonitretos dos elementos de microadição) e retardar o crescimento de grão austenítico, de forma que aços de grão finos possam ser obtidos.

Tabela 1. Principais efeitos dos elementos de liga dos aços ARBL para tubulações. Adaptado de [3]

Elemento	Efeito e razão para sua adição
C	Endurecedor de matriz por precipitação
Mn	Retarda a decomposição da austenita durante o resfriamento acelerado, endurecimento por solução sólida substitucional, diminui a temperatura de transição dúctil-frágil, necessário para se obter microestrutura bainítica inferior fina.
Si	Endurecimento por solução sólida
Nb	Reduz a faixa de temperatura para recristalização entre passes de laminação, retarda a recristalização e inibe o crescimento de grão austenítico (aumentando resistência e tenacidade por refino de grão)
Ti	Refina o grão suprimindo o crescimento de grãos austeníticos (formando TiN), endurece a ferrita, captura N livre (evitando efeito de detrimento no endurecimento)
Ni	Melhora as propriedades de aços baixo-carbono, sem prejudicar soldabilidade e tenacidade a baixas temperaturas,
V	Promove endurecimento por precipitação durante o revenimento, endurece a ferrita
Mo	Melhora a endurecibilidade e promove a formação de microestruturas finas desejáveis de bainita.

Tradicionalmente estes aços são agrupados por famílias, em função de alguma característica comum, como microestrutura, propriedades e rota de fabricação [1], sendo estas:

- Aços resistentes ao intemperismo (*Weathering steels*)
- Aços Ferríticos-perlíticos microligados (mais comuns)

- Aços perlíticos brutos de laminação
- Aços de ferrita acicular (bainíticos de baixo carbono)
- Aços duplex (*dual-phase*)
- Aços com inclusões de formas controladas

Entretanto essas categorias não são definitivas na classificação destes aços, uma vez que estes podem ser classificados em mais de uma categoria.

As principais características desta classe aços mais adequadas para a aplicação em tubos para óleo e gás são a resistência combinada com boa tenacidade, conformabilidade, soldabilidade e boas resistências às fragilizações induzidas por hidrogênio e pelo H₂S contidos no petróleo [4]. Todas essas características são determinadas não somente pela composição química, mas também pelo histórico de processamento e tratamento térmico do aço [5].

3.1.2 Especificação API 5L

O *American Petroleum Institute* (API) [6] é o principal órgão normatizador da indústria de óleo e gás, possuindo mais de 500 normas e práticas, abrangendo todo este setor, com o intuito de promover o uso seguro de equipamentos e de práticas de engenharia comprovadas.

A especificação API 5L [7], é uma norma internacional que especifica os requerimentos para fabricação de dois níveis de produtos para tubos e dutos de aço ARBL, com e sem costura, para uso em tubulações de transporte nas indústrias de petróleo e gás natural. A API 5L apresenta requisitos tanto de composição química, resistência mecânica, quanto dimensões, peso, manufatura, união e entrega para que tubos sejam nomeados API. Embora a maioria dos critérios apresentados anteriormente sejam cobertos e determinados, a especificação ainda permite que concessões e alterações sejam feitas, desde que acordadas com o cliente.

Os tubos são, segundo esta especificação, classificados em níveis de acordo com exigência de propriedades, presença de solda ao longo do comprimento do tubo (com ou sem costura), método de fabricação ou de como as propriedades do tubo são atingidas e o nível de resistência mecânica apresentado pelo material. Os tubos PSL (*product specification level*) 1 apresentam a mesma terminologia utilizada para definir o aço empregado, sendo que os nome do material identifica o nível de resistência mecânica do tubo e esta relacionado à sua composição química.

Os tubos PSL 1 designados pela letra X indicam o limite de escoamento mínimo, em unidades de ksi, que é representado pelo número seguinte a letra X, ou em unidades do sistema internacional, pela letra L seguida do limite de escoamento mínimo em MPa. Assim, um tubo especificado com API X65 ou L450 apresenta limites de escoamento mínimos de 65 ksi ou 450 MPa. Aqueles tubos designados pela letra A ou B não apresentam o limite de escoamento mínimo do tubo. Já os tubos PSL 2, devem apresentar juntamente com a especificação do limite de escoamento mínimo, seguindo a mesma nomenclatura dos tubos PSL 1, uma letra, em seguida esta nomenclatura, que identifica a condição de entrega do produto, por exemplo: X65Q ou L450Q, que indica que o tubo é temperado e revenido.

Além desta diferença na nomenclatura, os aços que constituem os tubos PSL 2 apresentam composições químicas especificadas mais restritas que seus equivalentes PSL 1, bem como devem especificar também tenacidade à fratura apresentada pelo material do tubo, avaliada por ensaios de impacto Charpy, com entalhe em V.

A classificação destacando a resistência mecânica mínima facilita a seleção do material mais adequado para um determinado tipo de projeto, permitindo não só a utilização de um material que possa resistir às solicitações impostas durante sua utilização (Tabela 2), como também permitir uma economia no volume de material e no peso das estruturas, que no caso de tubulações de transporte de petróleo podem ser extremamente elevados.

Tabela 2. Classes e especificações de tubos, juntamente com suas aplicações típicas [4].

Classe (limite de escoamento)	Especificação API 5I	Aplicação
Mínimo de 217 MPa	A, B, X42, X46, X52 e X56	Dutos não submetidos à pressão e onde a economia em peso é importante
Mínimo de 453 MPa	X60 e X65	Dutos submetidos à média e alta pressão e onde a preocupação com a economia em peso é considerada
Mínimo de 522 MPa	X70	Dutos submetidos à alta pressão onde a economia em peso é importante para o projeto
Mínimo de 551 MPa	X80	Dutos submetidos à alta pressão onde a economia em peso é muito importante para o projeto

A especificação API 5L ainda apresenta além dos requisitos químicos e mecânicos do material constituinte do tubo, dimensões normatizadas - uma uniformização dos tubos, facilitando então sua acoplagem com diversos sistemas.

3.1.3 Ligas resistentes à corrosão

As ligas resistentes à corrosão (*Corrosion resistant alloys - CRA*) são muitas vezes necessárias, devido ao ambiente agressivo encontrado muitas vezes na indústria de óleo e gás, não somente em tubos e dutos, mas também em outros equipamentos como partes de arvores de natal, válvulas, reservatórios, trocadores de calor, etc. A resistência a corrosão varia entre as

classes de materiais, em ambientes específicos, sendo os principais parâmetros ambientais que influenciam o desempenho dos materiais são a temperatura, concentração de íons cloretos, pressão parcial de CO₂, pressão parcial de H₂S, pH e presença ou ausência de enxofre. Todos esses parâmetros influenciam características das CRAs, como a estabilidade do filme passivo (resistência a iniciação de *pittings* ou corrosão generalizadas e facilidade em repassar os *pits* já iniciados), taxa de dissolução do metal dos *pits* e o risco de iniciação e propagação de trincas de corrosão sob tensão [8].

As CRAs compreendem os aços inoxidáveis e as ligas de níquel. Na indústria de óleo e gás se destacam os aços inoxidáveis austeníticos, duplex (ferríticos-austeníticos), martensíticos e supermartensíticos, e as ligas de níquel, como as ligas do sistema Ni-Cr e Ni-Cr-Fe. Uma destas ligas, que se destaca em aplicações na indústria de óleo e gás é a liga 625, uma liga Ni-Cr-Mo com Nb, descrita melhor na próxima seção.

3.1.4 Liga (Inconel) 625

A liga 625 (UNS N06625 / W.Nr. 2.4856), frequentemente chamada de INCONEL 625, nome comercial dado pela International Nickel Co (INCO). é uma superliga de Ni-Cr-Mo de alta resistência mecânica com significativa adição de Nb, boas características de manufatura (incluindo soldabilidade), e principalmente excelente resistência à corrosão. É composta principalmente por Ni, 22% de Cr, 9% de Mo e 3,7% de Nb - É importante ressaltar que o excelente desempenho em corrosão em diversas condições é garantido graças a essa composição química, que conta com elevados teores de elementos de liga [9].

A microestrutura de uma superliga 625 tipicamente composta diferentes fases, semelhantes a outras superligas, sendo seus principais constituintes sendo resumidos a seguir [10]:

- Fase gama (γ): apresenta estrutura austenítica (CFC - cúbica de face centrada), chamada de γ (assim como nos aços), composta principalmente por níquel, cobalto, cromo e metais refratários, como o molibdênio e o tungstênio, em solução sólida, forma uma fase de matriz contínua na qual as outras fases residem.
- Fase γ' -Ni₃Al: esta fase se apresenta como precipitados coerentes com a matriz (γ). Esta fase é rica em elementos tais como o alumínio, titânio e tântalo. Em superligas de ferro-níquel e/ou nas ricas em nióbio, uma fase relacionada ordenada, γ'' -Ni₃Nb, sendo que esta é preferencial à fase γ' e também promove endurecimento do material, juntamente com γ' .
- Carbonetos: o carbono, muitas vezes presente em concentrações de até 0,2%, combina-se com elementos, tais como nióbio, para formar carbonetos tipo MC. Durante o processamento ou utilização, estes podem se decompor a outras espécies, tais como M₂₃C₆ e M₆C, que são encontrados preferencialmente em contornos de grão da matriz γ , e são ricos em cromo, molibdênio e tungstênio.

Outras fases podem ser encontradas nas superligas, normalmente naquelas em condição envelhecidas ou em serviço, como por exemplo, as fases μ , σ , Laves (Fe₂Nb e Fe₂Mo), e etc. No entanto, as composições das superligas são escolhidas de forma a se evitar, em vez de promover, a formação destas fases, que são deletérias as propriedades das superligas [10-11].

No caso em especial da superliga 625, as principais fases presentes são a matriz austenítica, carbonetos (principalmente NbC) e fases de Laves (Figura 1).

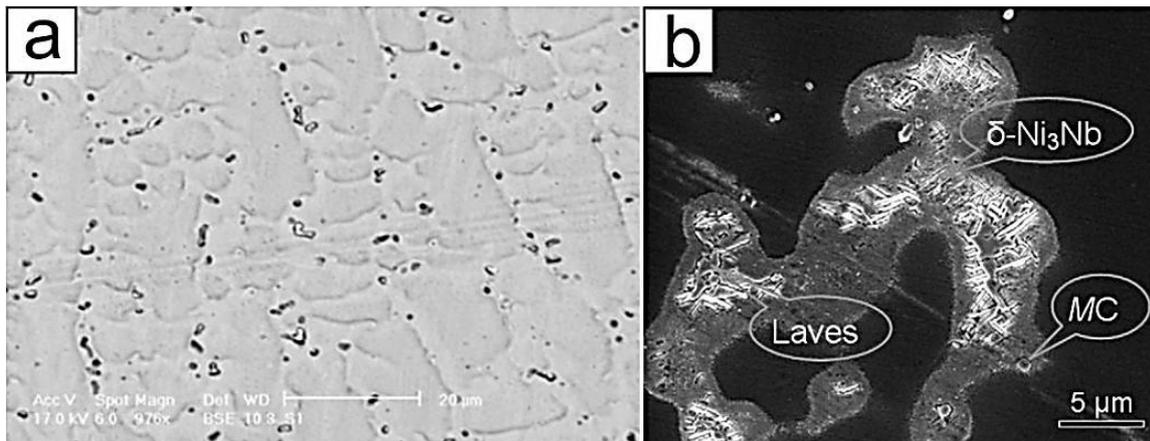


Figura 1. (a) Microestrutura bruta de solidificação (produzida por soldagem) típica da liga 625 [13]. (b) Fases mais tipicamente encontradas na liga 625, em destaque [14].

Durante o processo de solidificação da liga 625, juntamente com o crescimento de dendritas da matriz austenítica, ocorre a segregação de elementos como o molibdênio, e principalmente, o nióbio para os espaços interdendríticos. Nestas regiões ricas em ambos estes dois elementos, ocorre a formação de carbonetos de nióbio e fase de Laves, que são fases hexagonais compactas do tipo A_2B , tipicamente encontradas em ligas binárias, mas que podem apresentar composições mais complexas, com significativas quantidades de elementos de liga e impurezas, uma vez que a história de processamento do material influencia bastante na composição da fase de Laves.

As fases NbC e de Laves são formadas por precipitação nos espaços interdendríticos, ou por reações eutéticas nos estágios final da solidificação, onde o teor de elementos segregados é maior. A quantidade de fases NbC e Laves presentes é determinada principalmente pela razão C/Nb na liga, como pode ser observado na Figura 2.a. Os caminhos de solidificação 1 (alta razão C/Nb) e 2 levam a uma microestrutura composta apenas por austenita e NbC. Razões C/Nb intermediárias (caminho 2) levam inicialmente à formação de austenita e NbC e no final da solidificação à formação da fase de Laves. No caminho 3, de razão C/Nb baixa, a microestrutura é resultante é composta apenas por austenita e fase de Laves, e nenhum NbC presente.

O teor de ferro também é determinante na microestrutura final da liga após a solidificação. Menores teores de ferro e silício levam a um menor teor de fase de Laves, que para preenchimentos produzidos por soldagem de liga 625 leva a melhor ductilidade. Altos teores de ferro (além de cromo), com apresentado para um diagrama análogo da liga 718 (Figura 2.b), desloca o para baixo, em direção da formação de maior quantidade de fase de Laves durante a solidificação. Além do Nióbio e Molibdênio, o silício é outro elemento que também favorece a formação da fase de Laves.

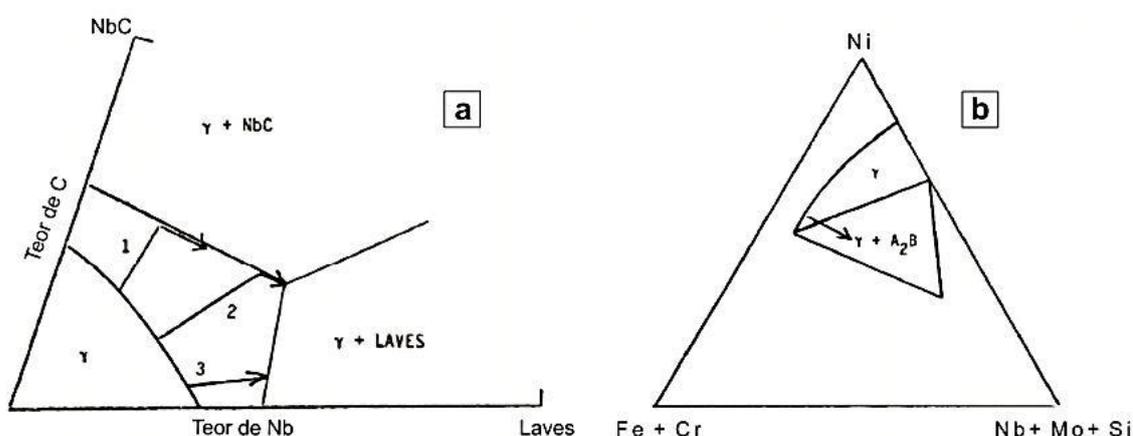


Figura 2. (a) Visão esquemática de vários caminhos de solidificação da liga 625. (b) Diagrama de solidificação de pseudo-equilíbrio ternário para a liga 718. Adaptado de [15].

Outra fase que pode ser encontrada na liga 625, como mostrada na Figura 1.b, é a fase δ -Ni₃Nb, de estrutura ortorrômbica [11], a qual se apresenta na forma de bastonetes grossos e alongados, semelhantes à agulhas, sendo uma fase de equilíbrio formada a partir da composição da fase γ'' , quando a liga é envelhecida em temperaturas moderadas, por tempos que variam de acordo com a composição química da liga. As ligas que apresentam maiores frações volumétricas necessitam de menores tempos para que ocorra a precipitação desta. A fase δ , devido à sua morfologia acicular, está relacionada a diminuição de tenacidade, sendo considerada uma fase indesejável.

As fases γ' (Ni_3Al , de estrutura cúbica de faces centradas) e γ'' (Ni_3Nb , de estrutura tetragonal de corpo centrado) [11], são as responsáveis pela grande resistência mecânica nas superligas endurecidas por precipitação (Figura 3), não se apresentam em volume suficiente para promover aumento muito significativo na resistência mecânica da liga 625, como no caso das primeiras. Assim, o principal efeito endurecedor na liga 625 é o endurecimento por solução sólida, promovido pelo molibdênio dissolvido na matriz austenítica, seguido da presença de carbonetos de nióbio.

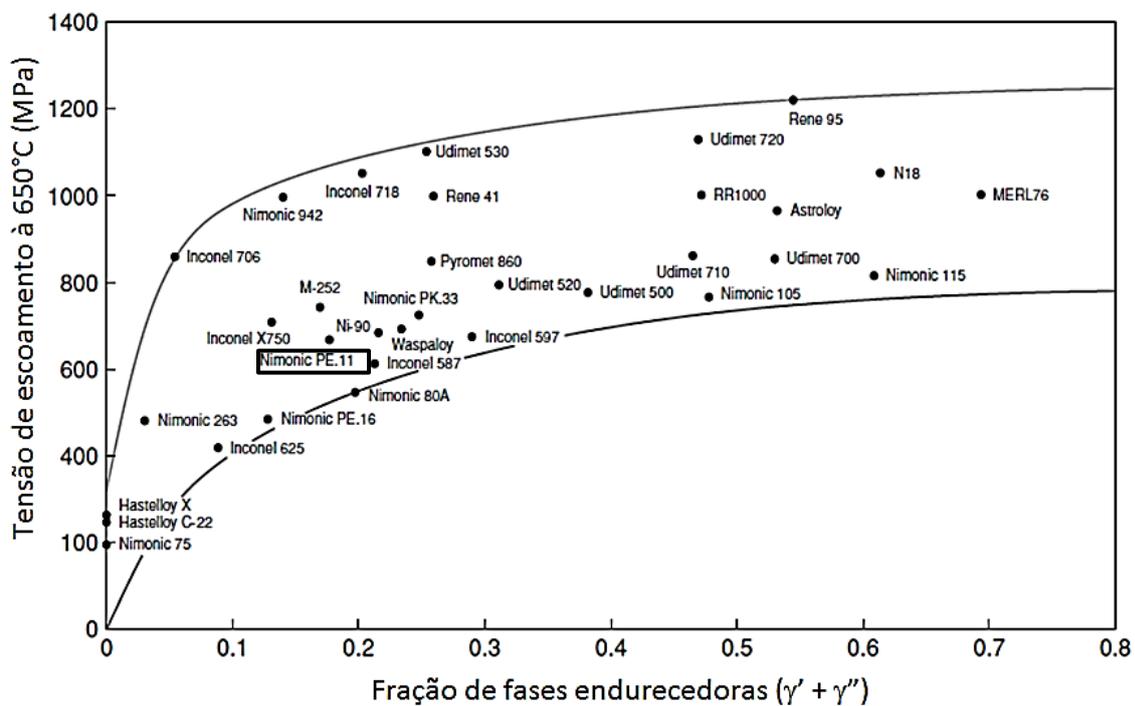


Figura 3. Variação da tensão de escoamento a 650°C com a fração total de fases endurecedoras γ' e γ'' , para algumas ligas comumente utilizadas em discos de turbina. Adaptado de [10].

A ausência destas fases endurecedoras em volumes apreciáveis, que por suas características garantem além de elevada resistência mecânica as ligas, conferem também elevada resistência à fluência nas superligas envelhecidas por precipitação. Assim, diferente destas ligas, a liga 625 não apresenta resistência

à fluência comparada a tais ligas, não sendo considerada como uma liga para aplicação em altas temperaturas.

A combinação de altos teores de níquel e molibdênio garantem boa resistência à corrosão em ambientes não-oxidantes. O cromo dissolvido principalmente na matriz austenítica é responsável pela grande resistência à corrosão em condições oxidantes da liga 625 devido à formação de uma camada passiva de Cr_2O_3 na superfície do material. A presença de nióbio, mais reativo ao carbono, e a formação de NbC, retardam a formação de carbonetos de cromo, em especial o Cr_{23}C_6 , de devido ao seu alto teor de cromo, empobrece nas sua vizinhança da matriz austenítica em cromo, reduzindo localmente a resistência à corrosão. Esta precipitação localizada de carbonetos de cromo é chamada de sensitização e é a principal causa de corrosão nas regiões adjacentes ao cordão de solda [2].

A combinação, então, dos elementos de liga cromo, molibdênio e nióbio, bem como o elemento constituinte principal, o níquel, torna a liga 625 extremamente resistente a corrosão aquosa em vários ambientes agressivos [11,16], e sob diferentes processos de corrosão, como a corrosão localizada (por *pitting*) e, a corrosão sob tensão em ambiente de cloretos (Figura 4).

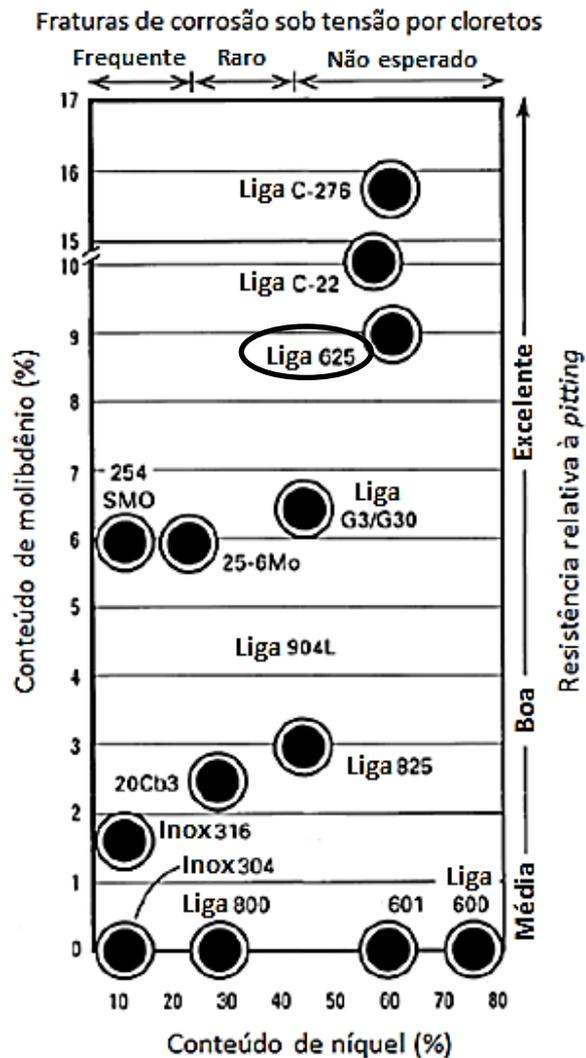


Figura 4. Efeito do conteúdo de níquel e de molibdênio na resistência à corrosão de ligas comerciais selecionadas. Adaptado de [11].

A resistência a corrosão da liga 625 é comparável à de várias outras ligas também aplicadas com sucesso em ambientes corrosivos, sendo bastante resistente à corrosão generalizada, corrosão intergranular, por frestas e além da já citada corrosão localizada por *pitting*, e sua excelente resistência à corrosão sob tensão, mesmo à quente, em ambientes aquosos contendo cloretos e sulfetos. Combinado todas estas características, a resistência da liga à fragilização por hidrogênio, permite esta liga ser aplicada em vários componentes navais, tubulações para indústria de óleo e gás, na indústria de papel e celulose [16].

Uma aplicação de destaque da liga 625 é a utilização como eletrodos de soldagem para soldas tipo MIG (*Metal Inert Gas*) e TIG (*Tungsten Inert Gas*), sendo utilizadas na união de tubos e peças sujeitas à ambientes corrosivos ou oxidantes e no recobrimento de materiais de menor resistência à corrosão [11].

3.2 Tubos para a indústria de óleo e gás

Dois tipos de tubos podem ser distinguidos nas aplicações para a indústria de óleo e gás: os tubos com costura (*welded pipes*) e os sem costura (*seamless pipes*). Os tubos com costura são caracterizados assim por possuírem um cordão de solda ao longo de seu comprimento, sendo produzidos a partir de chapas.

Um dos principais métodos de produção de tubos com costura é o processo UOE (*U-ing, O-ing, Expansion*), apresentado esquematicamente na Figura 5: a chapa do material que constituirá o tubo tem suas bordas usinadas para prepará-las para o processo de soldagem e então curvadas por crimpragem das bordas em arcos circulares, para facilitar a conformação da chapa na sua forma circular posterior. Após, o tubo é conformado à frio através de um punção que empurra a região central da chapa para baixo, quanto que punções cilíndricos auxiliares empurram as laterais da chapa, conferindo a forma de U (*U-ing*). Em seguida a chapa em U é compactada entre matrizes circulares de forma a adquirir aproximadamente uma geometria também circular (*O-ing*). O perfil tubular é então finalizado através da soldagem longitudinal ao longo das bordas originais da chapa conformada, primeiramente no interior e em seguida no exterior da forma tubular, utilizando soldagem por arco submerso (*submerged arc welding - SAW*).

Muitas vezes, os tubos produzidos por UOE são chamados de tubos SAW devido a como são produzidas as costuras. Na última etapa de produção UOE é a expansão à frio (E), onde um mandril é inserido no interior do tubo, expandindo

em seu interior de forma a aproximar ainda mais seção transversal do tubo de uma geometria circular [17-19].

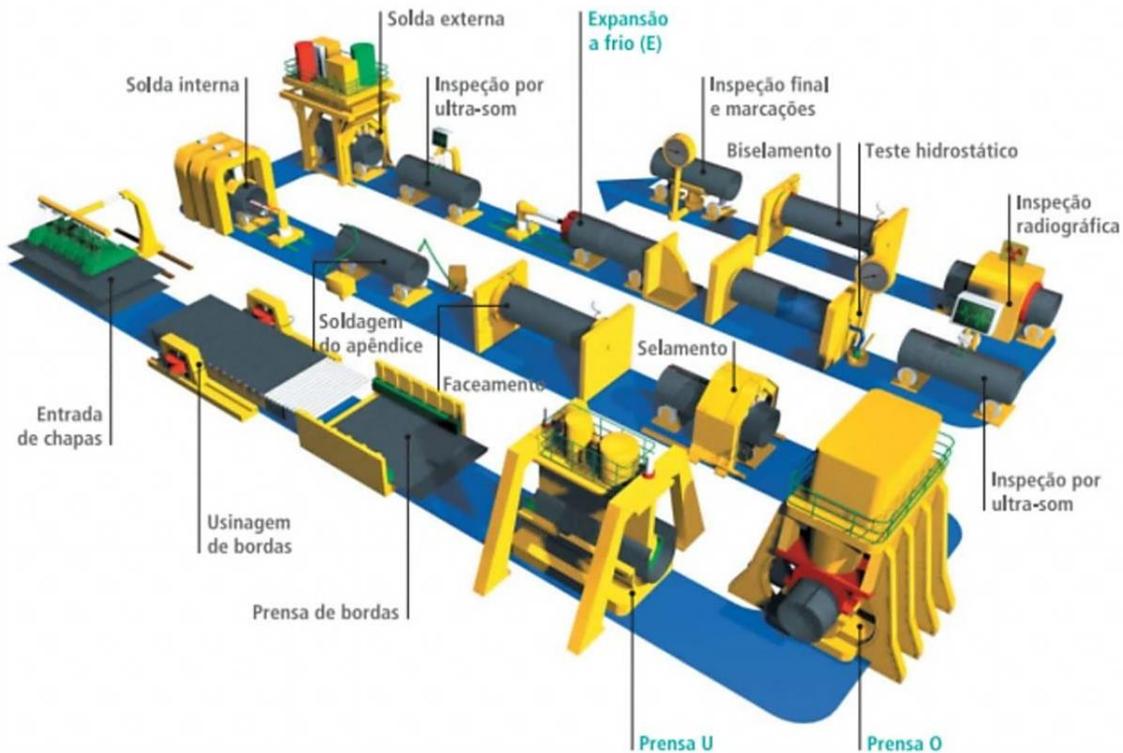


Figura 5. Desenho esquemático do processo de produção de tubos SAW por processo UOE [20].

Como nos processos típicos de união por soldagem envolvendo aporte de calor, adjacente ao cordão de solda ocorre a formação da chamada zona afetada termicamente (*Heat-affected zone* – HAZ), facilmente observada em macrografias da região transversal do cordão de solda (Figura 6) em tubos produzidos por este processo. A HAZ compreende a região do metal de base em que ocorre mudanças microestruturais, ocorridas em estado sólido em decorrência do calor produzido pela soldagem. A região do cordão de solda e principalmente da HAZ podem abrigar defeitos que fragilizam localmente o material do ponto de vista mecânico, além que a região da solda e da HAZ são regiões catódicas em relação ao metal de base, reduzindo a resistência à corrosão neste local [26].

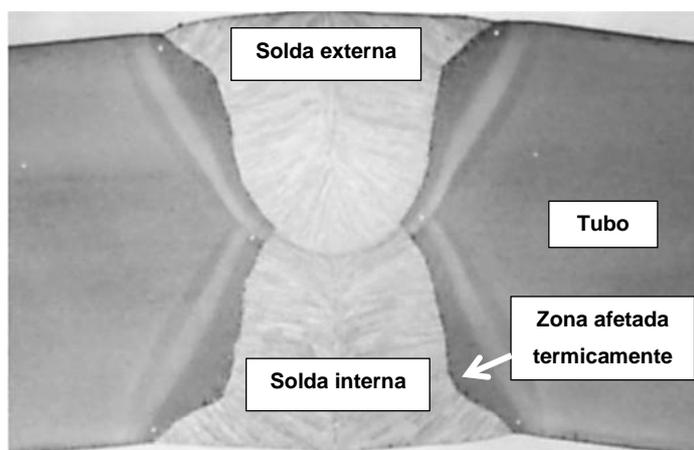


Figura 6. Macrografias mostrando o cordão de solda e zonas afetadas termicamente produzidas pelo processo SAW na seção transversal de um tubo de 30 in de diâmetro e 40 mm de espessura, produzido por UOE [17].

Os tubos SAW são considerados de baixo custo, podendo ser produzidos em tamanhos padrões, que variam de 6 à 12 m de comprimento, 12 ¾ a 48 in de diâmetro externo e 6,4 a 31,8 mm de diâmetro externo [20]. São aplicados largamente em tubulações em terra, mas também são aplicados em tubulações marítimas (*offshore*), em condições onde o colapso por pressão externa é a principal consideração de projeto e alta circularidade é necessária. Entretanto, os tubos SAW apresentam altos deslocamentos e imperfeições em sua seção transversal, resultantes das quatro etapas mecânicas de sua produção [17].

Tubos sem costura são produzidos principalmente em laminadores de mandril e laminadores de plugue Mannesmann. Nos laminadores de mandril (Figura 7), um tarugo sólido (*billet*) é aquecido em fornos rotativos e então perfurados por um penetrador. O *billet* perfurado, apresentando assim seu interior vazado, é laminado em um laminador com um mandril inserido em seu interior, reduzido seu diâmetro externo e sua espessura de parede, ao mesmo tempo em que seu comprimento é multiplicado várias vezes em comparação com o comprimento original, chamado agora de tubo-mãe. Este é então reaquecido e reduzido à suas dimensões específicas. O tubo é então resfriado, cortado, alinhado e acabado (Figura 7) [17,21].

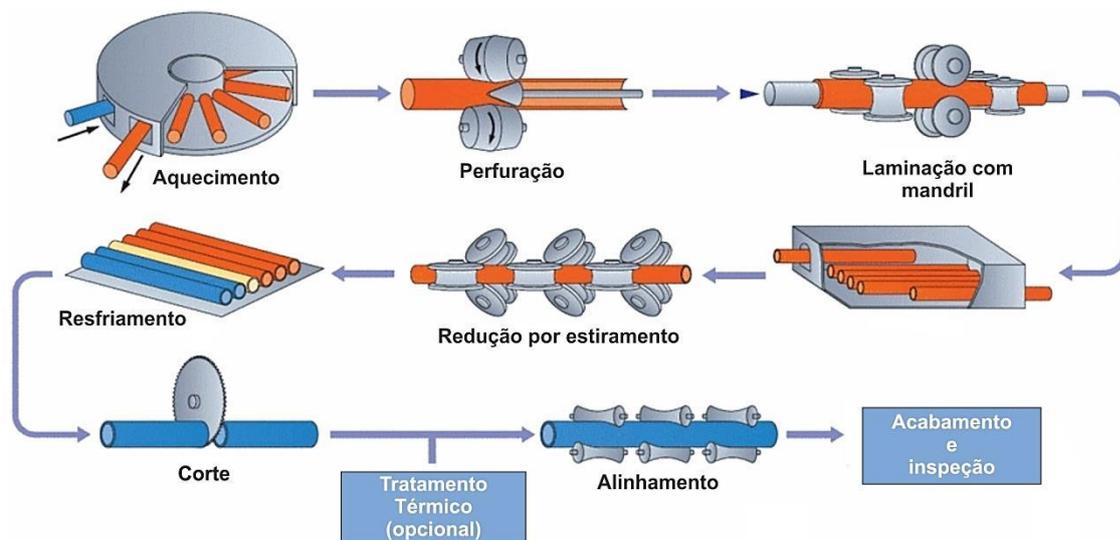


Figura 7. Desenho esquemático do processo de laminação com mandril. Adaptado de [21].

Nos laminadores de plugue Mannesmann (Figura 8), os billets são perfurados por perfuradores Mannesmann, sendo após laminado, reduzindo o diâmetro externo e a espessura de parede, enquanto é alongado pelos cilindros e pelo movimento de saída do penetrador. Em uma máquina de rolamento, o tubo laminado tem sua superfície interna e externas alisadas simultaneamente, e então suas dimensões são ajustadas em um laminador de ajuste, seguindo para o resfriamento, alinhado, reaquecido e novamente alinhado e dimensionado, finalizando o tratamento termomecânico do tubo. Em seguida, o tubo é enviado para acabamento e inspeção [17,21].

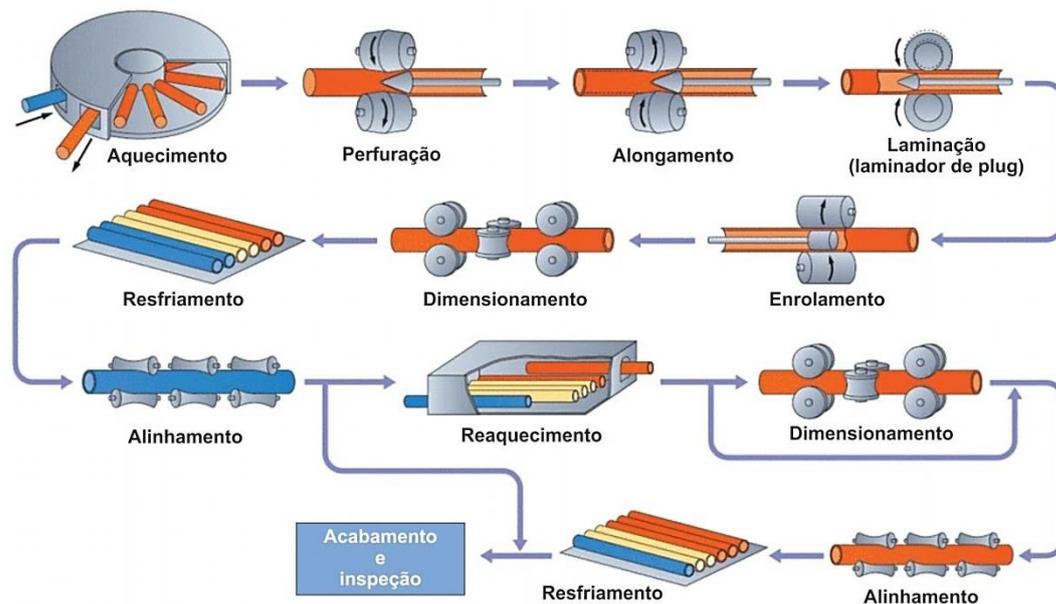


Figura 8. Desenho esquemático do processo de laminação de plugue. Adaptado de [21].

Os tubos sem costura produzidos pelos dois métodos descritos acima, apresentam como grande vantagem a ausência do cordão de solda e, dessa forma, apresentam uma microestrutura mais homogênea. Esses tubos exibem o comportamento de bandas de Luders na sua curva tensão-deformação, mesmo após revenimento, mas que podem ser eliminadas com a imposição de trabalho à frio durante o acabamento do tubo. Variações típicas ocorridas no processamento e no tratamento térmico resultam em variações consideráveis nos limites de escoamento e de resistência à tração, na faixa de 100 à 120 MPa. Entretanto, os limites mínimos exigidos pela especificação API 5L são facilmente atingidos. Uma vantagem destes processos são a excelente circularidade e excentricidade da parede obtidas nos tubos [17].

3.2.1 Tubos bimetálicos

Na indústria petroquímica, frequentemente se faz necessário à utilização de ligas resistentes à corrosão (*Corrosion Resistant Alloys – CRA*) em tubulações de transporte e de equipamentos, de forma a garantir sistemas mais seguros e duradouros. As *CRA's* são constituídas de elementos de liga caros, sendo que os materiais aplicados em condições mais severas de corrosão são os que necessitam de maiores adições desses elementos [23], e que encarece o custo final destas ligas. Com isso, a utilização destas ligas para a produção de tubos pode se tornar inviável, ainda que a aplicação desses materiais seja necessária, o volume demandado geraria custos elevadíssimos. Os tubos bimetálicos são, assim, uma alternativa de economia de *CRA*, uma vez que proporcionalmente, menos de 50% de *CRA* é aplicado, sendo o restante constituído de um material menos nobre (menos resistente à corrosão) e mais barato, mas que apresenta e confere ao tubo alta resistência mecânica e tenacidade, de forma que as propriedades da liga 625 seja complementada [18,23].

Atualmente, dois tipos de tubos bimetálicos estão disponíveis, sendo que a distinção entre ambos está na forma como o *CRA* está ligado ao material base (no caso de aços o chamado *backing steel*): os tubos *lined* (*lined pipes*) e os tubos cladeados (*clad pipes*) [22].

A API apresenta como especificação para tubos bimetálicos *lined* e cladeados a especificação API 5LD [22], onde constam as condições permitidas para utilização dos materiais que podem ser designados como *backing steel*, tendo como base os aços apresentados na especificação API 5L, os materiais *CRA* permitidos (sendo entre eles a liga 625, que será abordada neste trabalho), a forma de fabricação do tubo *lined*, do tubo cladeado, características e requisitos mecânicos mínimos do *backing steel* no tubo bimetálico, características da ligação entre o *backing steel* e a *CRA* e procedimento para união de tubos bimetálicos.

- **Tubos *lined***

Os tubos *lined* consistem em um tubo de aço (*backing steel*), com uma camada interna (mais frequente) ou externa em CRA. A CRA na forma de uma folha fina tubular (chamada *liner*) é fixada, através de expansão mecânica ou hidráulica, no interior do *backing steel*, também na forma tubular, à frio. Não havendo aplicação de calor, não ocorre interdifusão dos elementos constituintes do *backing steel* e da CRA, sendo a ligação entre os dois materiais constituintes puramente mecânica [18, 22, 24]. Apenas uma pequena parte da sua superfície é ligada metalurgicamente, de forma a fixar ambos os materiais, porém, ainda sim, toda a superfície interna do *backing steel* é selada e isolada do meio corrosivo [23]. Está pequena ligação metalúrgica é realizada nas extremidades do tubo, evitando o ingresso do componente líquido que está sendo transportado entre o *liner* de CRA e o *backing steel* [18, 23].

Duas formas de fabricação de tubos *lined* são possíveis: expansão hidráulica ou termohidráulica e *explosive lining*. [18]. Na expansão hidráulica, ou hidroconformação (Figura 9), o tubo que consistirá na camada interna (*liner*) é inserido dentro do tubo externo. O tubo externo é pré-aquecido de forma a promover uma pequena expansão (térmica) no tubo externo, facilitando a inserção do *liner*. As extremidades do tubo bimetálico então são vedadas e um fluido é injetado e pressurizado, é empurrando o *liner* contra a parede interna do tubo externo, de forma que o *liner* passa a exercer uma força compressiva sobre o tubo externo, fixando-os juntos. Assim, os tubos *lined* são frequentemente chamados *tight-to-fit pipes* (TFP) ou *tight-to-fit tubes* (TFT) [29]. Como o aquecimento é brando e a deformação plástica promovida pela expansão é pequena, não ocorre a união metalúrgica entre os materiais, apenas a interferência mecânica entre ambos.

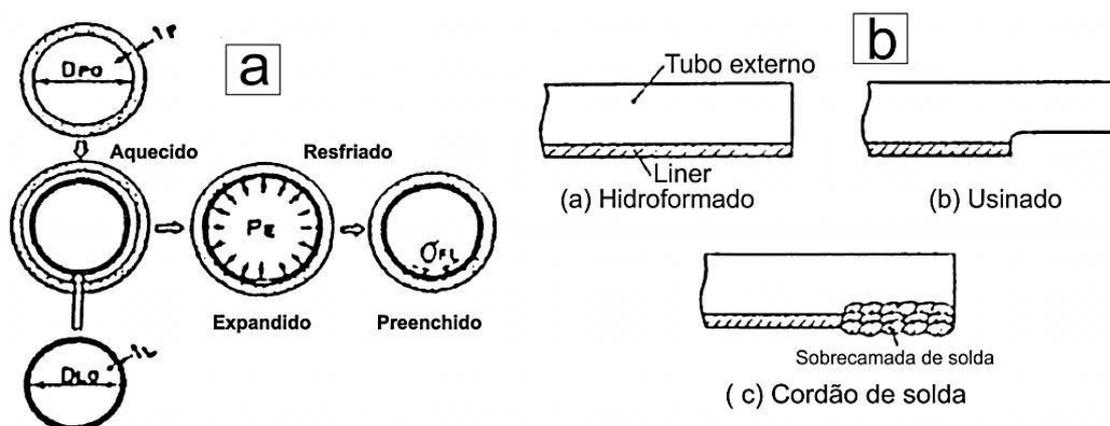


Figura 9. Desenho esquemático do processo de hidroconformação de tubos bimetálicos *lined* (a) e do processo de selamento do *liner* no tubo. Adaptado de [29].

Na última etapa da produção do tubo *lined* por hidroconformação o *liner* é selado no tubo externo através de um cordão de solda circunferencial próximo a extremidade do tubo, onde o *liner* é removido por usinagem, juntamente com uma pequena porção do tubo externo, e então o cordão de solda é aplicado, de forma que a sobrecamada de material soldado promove a união entre o tubo externo e o *liner* nesta região, evitando que o tubo externo e o *liner* se desloquem entre si, além de selar o pequeno espaçamento entre ambos, evitando que o fluido que será transportado no seu interior penetre entre estes, promovendo corrosão no tubo externo [24].

A técnica de *explosive lining* é bastante semelhante à hidroconformação, com o *liner* sendo inserido dentro do tubo externo, e a compressão do *liner* sobre a superfície interna do tubo externo por meio de uma explosão controlada no interior do tubo e do *liner* já montados. Em seguida o tubo também é selado com um cordão de solda circunferencial próximo à sua extremidade, da mesma forma que o tubo hidroconformado.

Os tubos bimetálicos *lined* apresentam menor custo, quando comparados com os tubos cladeados. Entretanto, os tubos *lined* não são considerados dobráveis, devido ao risco de colapso do *liner*, embora técnicas de dobramento por indução terem sido desenvolvidas para permitirem que se possa executar

dobramento de tubos com razões diâmetro/espessura específicas [23]. A sua principal limitação é a baixa resistência da ligação que fixa o *liner* de *CRA* ao *backing steel*, em condições de movimentações cíclicas nas tubulações ou quando à corrosão localizada no cordão de solda das extremidades, responsável por vedar o *liner* ao tubo externo é então perdida, estes não estão mais bem presos entre si, além de permitir o contato entre o fluido sendo transportado e tubo externo, que não apresenta resistência à corrosão elevada como o *CRA*, perdendo-se assim o efeito protetor do *liner* de *CRA* sobre o tubo externo.

- **Tubos cladeados**

Diferentemente dos tubos bimetálicos *lined*, os tubos cladeados não apresentam os dois materiais constituintes ligados mecanicamente, mas sim por ligação metalúrgica em toda sua extensão. Na ligação metalúrgica, há interdifusão entre elementos constituintes de ambos os materiais. A ligação na totalidade da extensão do tubo entre a *CRA* e o *backing steel* resulta em maior resistência à fadiga e à corrosão, uma vez que a área de contato íntimo entre os dois materiais constituintes é maior e mais homogênea química e estruturalmente ao longo deste.

A ligação metalúrgica é caracterizada pela interdifusão entre os pares constituintes. Para que isso ocorra, se faz necessária a aplicação de alta temperatura e/ou deformação plástica combinadas.

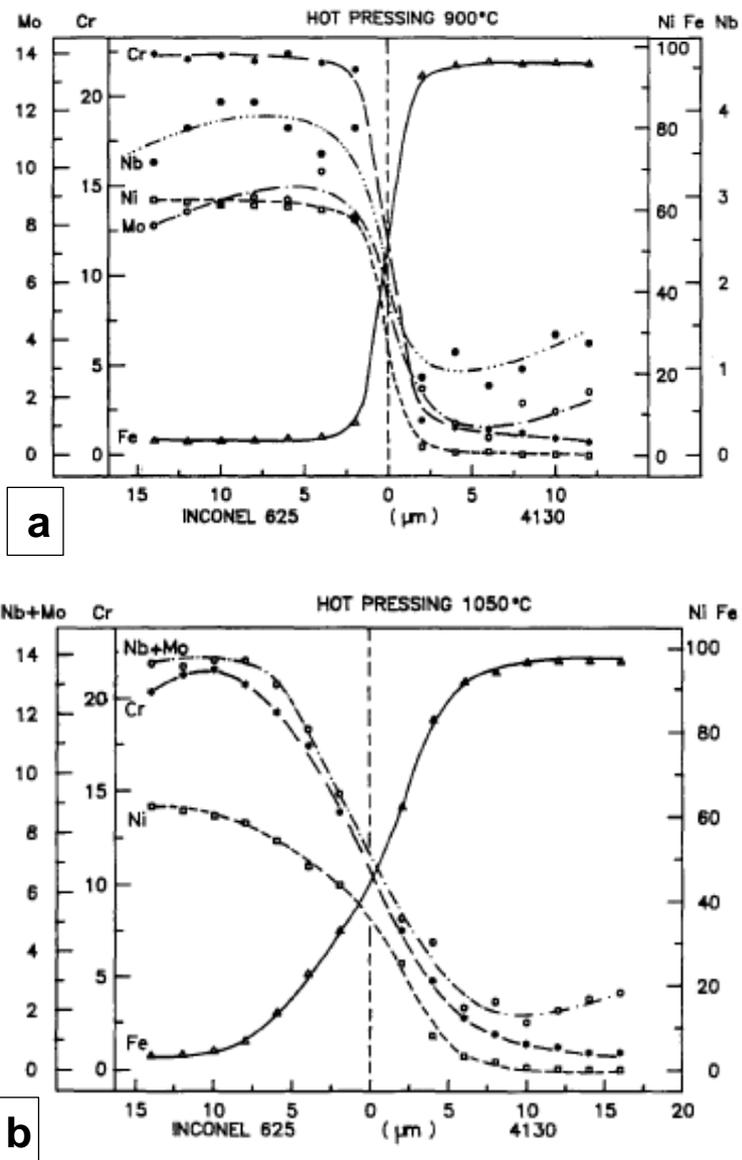


Figura 10. Perfis de concentração de diferentes elementos próximos a interface em amostras de aço AISI 4130 e Inconel 625 cladeados por compressão à quente em duas temperaturas distintas: (a) 900°C e (b) 1050°C [30].

3.2.2 Processos tradicionais de produção de tubos cladeados

Os tubos bimetálicos cladeados tradicionalmente são produzidos por soldagem longitudinal de placas cladeadas, co-extrusão de tubos ou co-laminação de tubos ou fundição centrífuga [18,23].

- **Soldagem longitudinal de placas cladeadas**

Esta rota de produção consiste em produzir placas bimetálicas cladeadas por meio de *Roll bonding process* ou por soldagem por explosão (*Explosive Welding - EXW*).

O *Roll bonding process* consiste em laminar à quente duas placas de *backing steel* com duas placas de *CRA* montadas de forma intercalada, com as duas placas de *CRA* separadas por um composto de partição, como apresentado na Figura 11.a, chamado pacote de 4 camadas (*4-ply clad pack*).

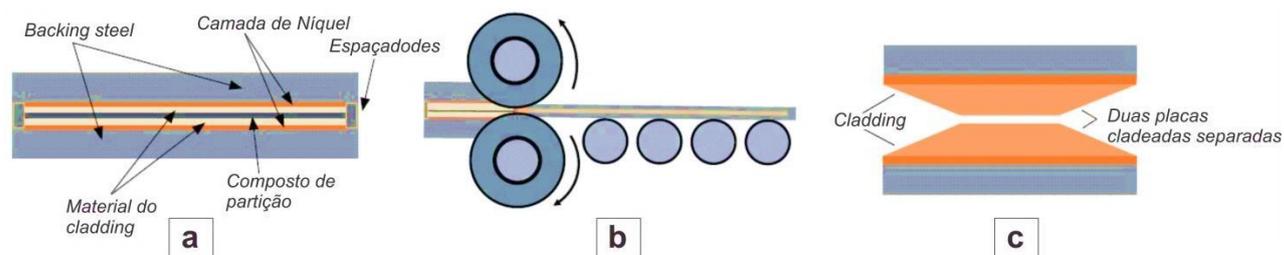


Figura 11. Desenho esquemático da *Roll bonding process*: (a) pacote de 4 camadas de clad montado, (b) laminação à quente do pacote e (c) separação final das placas. Adaptado de [25].

Durante a laminação, enquanto a espessura da pacote é reduzida, a alta temperatura aliada à pressão exercida pelos cilindros do laminador durante a passagem do pacote entre eles (Figura 11.b), promove a união metalúrgica entre o material do *cladding* e o *backing steel*. O composto de partição situado entre

as duas placas de cladding evita a soldagem entre ambos os materiais e permite a posterior abertura do pacote em duas placas, de comprimentos, largura e espessura do *backing steel* e do *cladding* adequadas (Figura 11.c) [25].

A técnica de *Explosive Welding* (EXW) utiliza o impulso gerado pela detonação de um explosivo para acelerar o material que irá ser utilizado como recobrimento à uma alta velocidade, que percorre a distância de separação entre este e o material base (no caso o *backing steel*) e colide contra este último, de forma progressiva e não contínua. Dependendo do par de materiais a serem soldados bem como das condições de controle do processo, um fluxo ou jato hidrodinâmico percorre as superfícies dos materiais e estes são soldados ou ligados entre si. O jato promove uma remoção dos óxidos presentes na superfície, gases adsorvidos e outros contaminantes presentes nas superfícies dos materiais, que devido ao ângulo em que ocorre a explosão e velocidade do jato que descontamina a superfície, ocorre então a ligação metalúrgica entre os materiais [23,27-28].

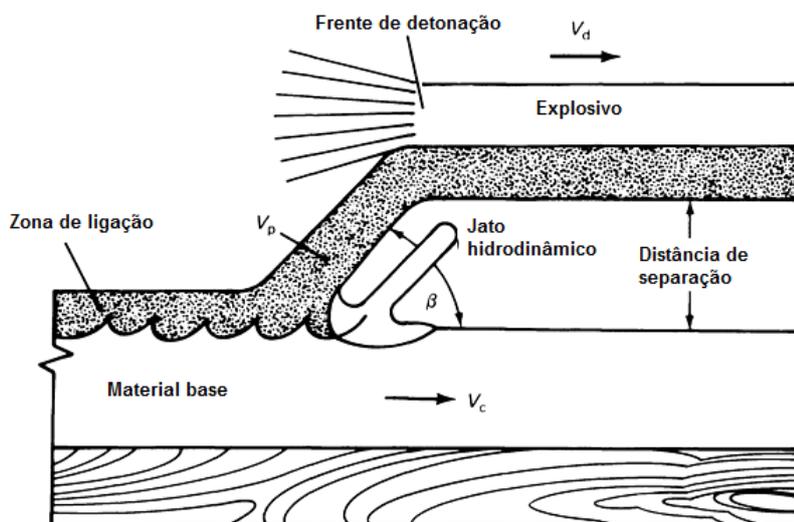


Figura 12. Desenho esquemático do processo de soldagem explosiva. Adaptado de [26].

A progressiva colisão dos materiais ocorre à velocidades não-uniformes, de forma que a ligação interface de materiais unidos por EXW é bastante característica, se apresentando não-uniforme ao longo da direção de explosão, sendo possível duas morfologias distintas de interface, a linear (para baixas energias de impacto aplicadas) e a tipicamente ondulada (para altas energias aplicadas), como apresentado na Figura 13, em que os parâmetros do processo são, então, determinantes para a morfologia da interface obtida ao final do processo [32].

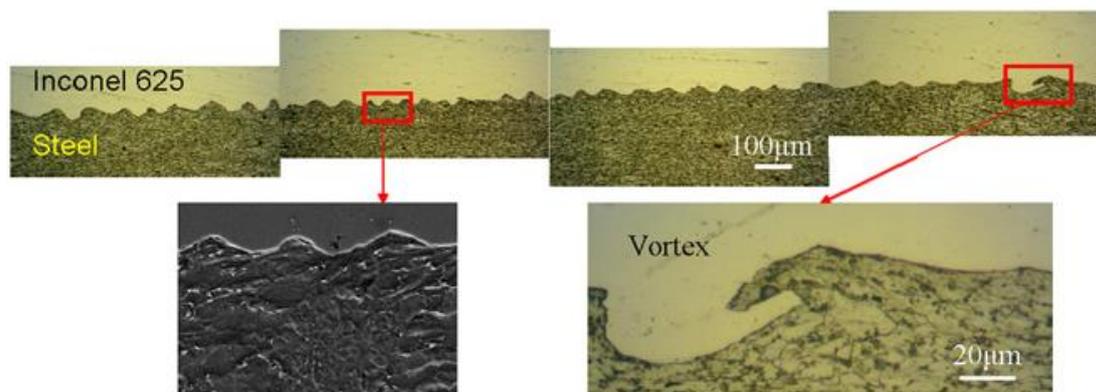


Figura 13. Interface tipicamente encontrada em materiais soldados por EXW. Inconel 625 e aço ASTM A517, velocidade de detonação 3100 m/s, distância de separação de 4 mm. Adaptado de [32].

O calor gerado é baixo o suficiente, dependendo das condições de detonação, é desprezível, o que permite flexibilidade nos pares de materiais possíveis de serem soldados entre si, principalmente por evitar a formação de compostos intermetálicos na região adjacente à interface de ambos os materiais [26,28].

A soldagem por explosão possui as seguintes vantagens se comparadas a outros processos de *cladding*, como permitir combinar materiais muito distintos, que não poderiam ser combinados por outras técnicas, devido ao baixo calor residual que é gerado, ausência de zona afetada termicamente (HAZ)

devido ao processo de soldagem ocorre em temperatura ambiente, bom custo-benefício na produção de placas, tempos de processo relativamente pequenos e boa qualidade e integridade da ligação entre os materiais. Porém algumas desvantagens deste processo também podem ser enumeradas, como: não-uniformidade da interface, dificuldade em ligar materiais com baixa tenacidade ao impacto ($< 20\text{J}$) e alongamento ($< 15\%$), além de não ser um processo econômico para tubos de grandes comprimentos [28].

Em todos os casos, a placa cladeada é conformada em tubos pelo processo UOE descrito anteriormente, apresentando, portanto, um cordão de solda ao longo do comprimento longitudinal do tubo. A soldagem longitudinal deve ser realizada em duas etapas: primeiramente no *backing steel* e só então no *clad*. Essa sequência é necessária para que seja evitada a formação de microestruturas duras no aço, advindas da dissolução de material da CRA no mesmo. Nesta sequência, uma pequena quantidade de material do *backing steel* é dissolvida pela solda na CRA, porém, não resulta em microestruturas duras neste último [18].

- **Co-extrusão / co-laminação**

É a forma mais comum de produção de tubos cladeados sem costura. Consiste em produzir um billet composto de um tubo de aço, com um tubo em CRA inserido dentro. Os tubos são pré-unidos no billet composto por soldagem ou brasagem utilizando uma camada de recobrimento de níquel eletrolítico na superfície externa do tubo de CRA anteriormente ao processo de montagem do billet. Os billets podem ainda ser produzidos por técnicas como prensagem isostática à quente ou *weld overlaying* [23].

O *billet* composto é processado termomecanicamente através de laminadores e extrusoras de tubo padrões, laminadores de plugue, laminadores com mandril e prensas de extrusão convencionais, da mesma forma que os tubos sem costura processados termomecanicamente. A alta temperatura de

processamento, bem como a deformação forçada entre os dois materiais do *billet* compósito, promovem a ligação metalúrgica entre os materiais. Entretanto, como os materiais que compõe o *billet* apresentam comportamentos de deformação e resistência à quente distintos entre si, as taxas e temperaturas de deformação, devem ser otimizadas de forma a garantir a qualidade do produto final, principalmente a cerca da uniformidade da espessura da CRA ao longo do comprimento do tubo [23,31].

Quando bem processados, os tubos bimetálicos co-extrudados, bem assim como os co-laminados, apresentam interfaces bastante lisas se comparadas a soldagem por explosão (Figura 14). Porém, uma vez que o processo de co-extrusão ou co-laminação ocorrem em elevadas temperaturas elevadas, as superfícies dos materiais que consistiram na parte externa e na parte interna do tubo bimetálico, que irão entrar em contato durante o processamento do *billet* deverão estar bastante limpas, de forma a minimizar a presença de óxidos e inclusões na interface do tubo final, pois onde estes estão presentes a ligação metalúrgica não ocorre [31].

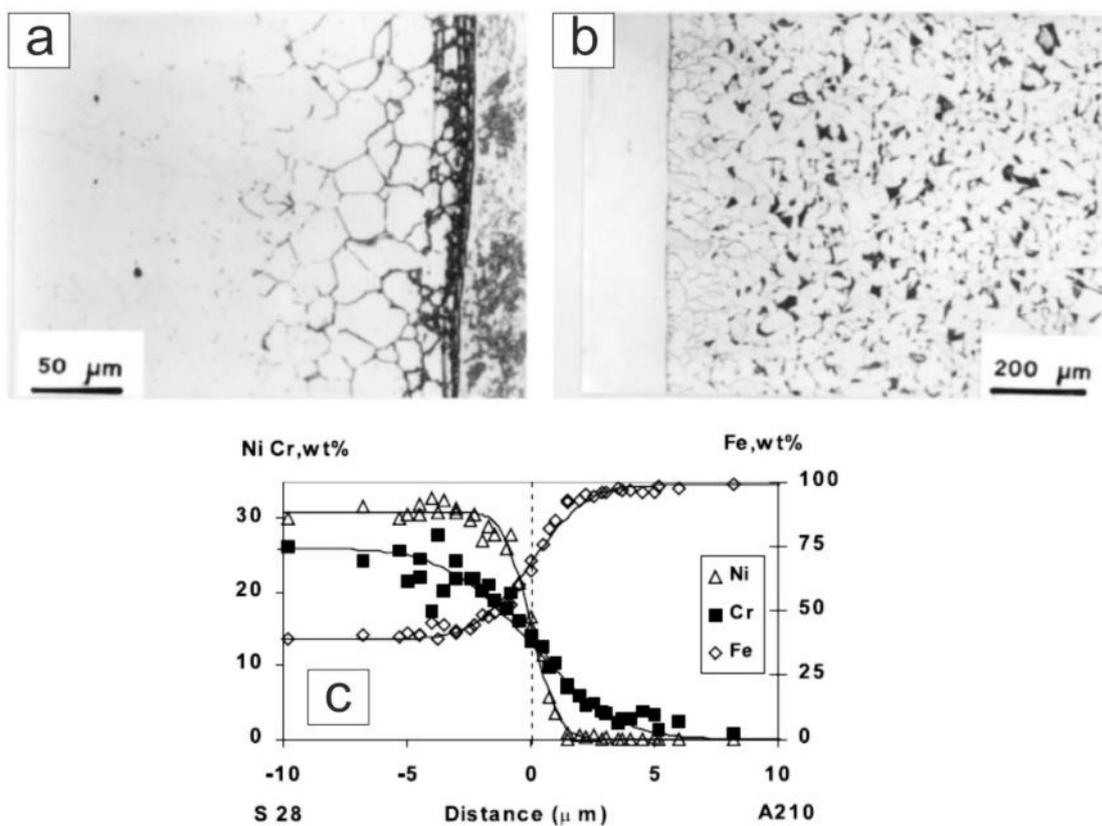


Figura 14. Microestruturas próximas à interface de um tubo co-extrudado constituído de Sanicro 28 e aço A210 grau 1. (a) Lado do Sanicro 28, (b) lado do aço A210 e (c) perfis de concentração próximos à interface [33].

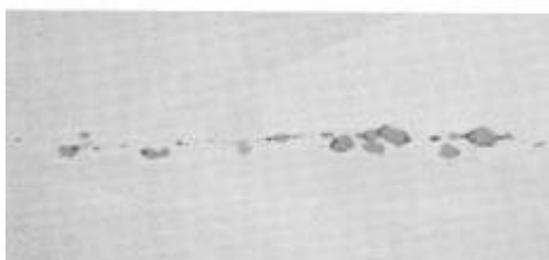


Figura 15. Micrografia eletrônica de varredura mostrando inclusões de óxidos na interface de um tubo co-extrudado de aço T11 e aço inox 310 [31].

Tubos cladeados produzidos por co-extrusão ou co-laminação podem ser fornecidos com diâmetros variados, desde tubos pequenos, de 2", à tubos de 9" de diâmetro. Entretanto, tubos de diâmetros ainda maiores (16") podem ser

encontrados. As espessuras de parede típicas de tubos fornecidos, processados desta forma, podem variar entre 6 e 25 mm. Já o comprimento do tubo é dependente do diâmetro externo final e da espessura de parede, uma vez que o volume disponível de material está fixado pelo o volume do billet utilizado. Contudo, materiais produzidos por co-extrusão ou co-laminação tendem a apresentar falta de concentricidade, variação da espessura da camada de *cladding* e tolerâncias elevadas na circularidade, que devem ser levadas em consideração quando estes tubos são aplicados em projetos [23,31].

Finalmente o último processo de fabricação de tubos bimetálicos cladeados é a fundição centrífuga horizontal, que permite não somente a fabricação de tubos sem costura constituídos em apenas um único material como também tubos bimetálicos sem costura. Uma vez que este processo é utilizado no presente trabalho, ele será melhor detalhado a seguir.

3.3 Fundição centrífuga horizontal

Nos processos convencionais de fundição, o molde (também conhecido como coquilha), onde o metal é vazado e solidificado, é estático, normalmente não sendo movimentado. No processo de fundição centrífuga horizontal, diferentemente, o metal é vazado em um molde de geometria cilíndrica em rotação, a qual é mantida durante a solidificação da peça. A força centrífuga gerada pela rotação da coquilha impele o metal líquido a preencher o molde, empurrando-o e o mantendo contra as paredes do molde, gerando, assim, peças fundidas possuindo geometrias com um eixo de simetria dado pela geometria do molde, densas, pouco porosas e com baixo nível de inclusões quando comparados aos processos de convencionais de fundição [34-36].

O processo de fundição por centrifugação horizontal é um processo relativamente antigo, sendo a primeira patente datada de 1809, na Inglaterra. O primeiro uso industrial da técnica, em 1849, nos Estados Unidos, produziu tubos

de ferro fundido. Finalmente, na década de 1920, com o maior entendimento dos princípios aplicados à líquidos em rotação e extensão destes à líquidos metálicos, foi desenvolvido um modelo matemático para o processo [35].

O processo consiste das seguintes etapas, apresentadas esquematicamente na Figura 16.

1 – Preparação do metal líquido (Figura 16.a, cortesia da ENGEMASA Engenharia e Materiais LTDA.);

2 – O molde é rotacionado lentamente enquanto é pré-aquecido à uma temperatura uniforme e revestido de uma suspensão cerâmica (tinta), que seca e adere à superfície (Figura 16.b [37]);

3 – Quantidade pré-determinada de metal líquido é vazada por um funil para o interior do molde em rotação (Figura 16.c [38]);

4 – O metal é rotacionado por um determinado período de tempo, preenchendo uniformemente o molde e iniciando o processo de solidificação (Figura 16.d [37])

5 – Resfriamento forçado (por jatos d'água, por exemplo), preservando o molde e aumentando a velocidade de solidificação do metal (Figura 16.e, cortesia da ENGEMASA Engenharia e Materiais LTDA);

6 – Retirada da peça já solidificada (Figura 16.f [38]).

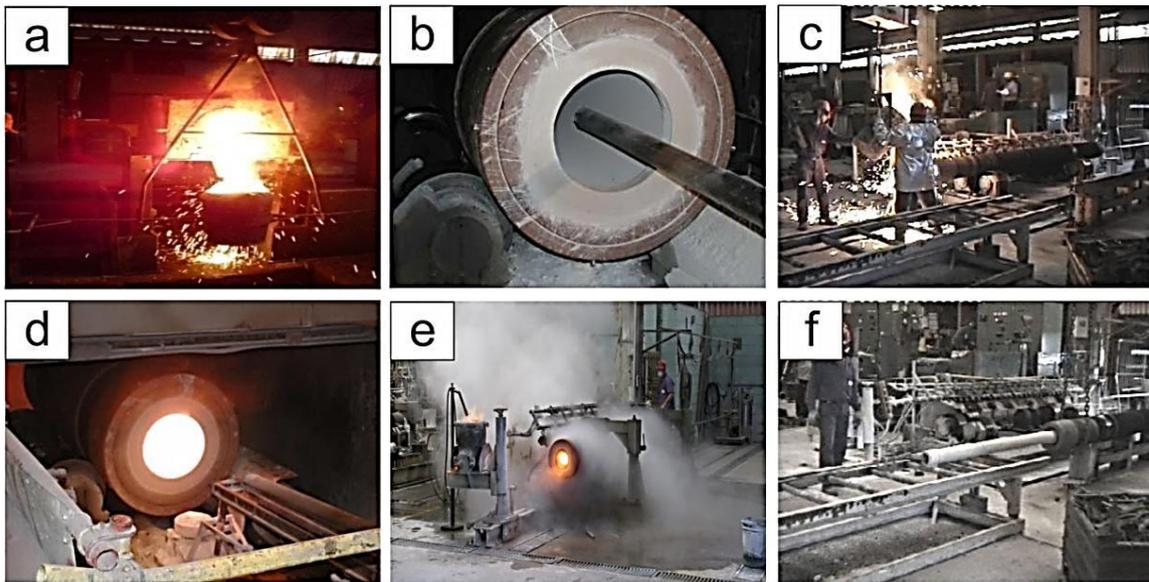


Figura 16. Sequencia típica de um processo de centrifugação.

O processo de fundição centrífuga apresenta significativas vantagens em relação aos processos convencionais, podendo ser divididas em três grupos [35]:

- *Flexibilidade de ligas permitidas ao processo:* virtualmente, qualquer liga pode ser fundida satisfatoriamente neste processo, exceto aços de alto carbono, pois problemas de segregação podem ocorrer.
- *Flexibilidade nas características do produto:* é possível variar as características dos produtos tubulares obtidos por este processo (sanidade interna, textura, estrutura e propriedades mecânicas) controlando-se as variáveis principais, descritas mais adiante.
- *Flexibilidade nas dimensões do produto:* com esta técnica pode se produzir diâmetros externos de até 63 in (1,6 m) e espessura de parede de 8 in (200 mm), com tolerâncias dimensionais que variam de acordo com o tamanho da peça e do tipo de molde utilizado.

3.3.1 Equipamento

O equipamento utilizado na fundição centrífuga horizontal é bastante simples: consiste essencialmente em um eixo horizontal, montado sobre rolamentos, onde o molde, de geometria cilíndrica ou aproximadamente cilíndrica, é apoiado. O eixo horizontal é ligado a um motor elétrico, cujo movimento de rotação é transmitido ao molde por meio do eixo e dos rolamentos [36]. O equipamento deve ser capaz de executar as seguintes operações de forma precisa e repetitiva [35]:

- Rotacionar o molde a uma velocidade pré-determinada;
- Permitir que o metal líquido seja vazado no interior do molde em rotação;
- Estabelecer uma taxa de solidificação adequada no molde, após o vazamento do metal líquido.
- Permitir a extração da peça fundida após sua solidificação;

Na Figura 17, é apresentado um desenho esquemático de uma centrífuga horizontal típica.

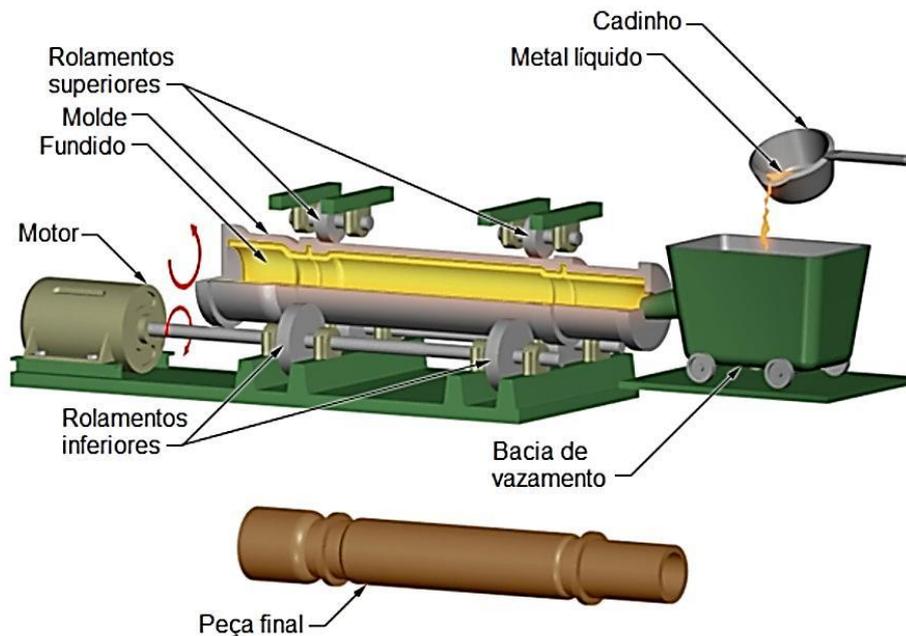


Figura 17. Desenho esquemático de um equipamento convencional de fundição centrífuga horizontal. Adaptado de [39].

Os moldes podem ser confeccionados nos seguintes materiais:

- *Ligas metálicas:* são os mais comuns, sendo principalmente fabricados em ferro fundido, aços e ligas de cobre. Dentre os três, o modelo mais empregado são o de aço, que demonstra melhor durabilidade tempo de vida útil e resiste a maiores forças centrífugas.
- *Grafita:* por serem frágeis, são indicados apenas para peças pequenas, não resistindo a elevadas forças centrífugas e, conseqüentemente, apresentam pequena vida útil. Porém, moldes de grafita apresentam maiores capacidades de coquilhamento que os moldes de aço e ferro fundido.

- *Areia*: sua utilização só é justificável quando se produz peças de geometria complexas, que tornaria impossível sua remoção dos moldes metálicos. Como os moldes de areia são excessivamente frágeis, eles devem ser envolvidos por uma camisa metálica, tornando sua operação mais segura. A baixa condutividade térmica da areia dificulta a fabricação de peças de grandes espessuras com qualidade metalúrgica adequada, sendo muito comum a presença de porosidades e vazios na peça final [34,36].

Como um tubo apresenta uma geometria bastante simples, os moldes metálicos são quase que exclusivamente empregados em sua fabricação, o que implica em uma redução no custo das peças (vida útil longa do equipamento), além do alto coquilhamento fornecido pelo molde metálico, que melhora a qualidade metalúrgica dos tubos produzidos.

Os equipamentos podem variar bastante em tamanho e configuração, desde centrífugas pequenas para produção-piloto, fabricação de protótipos e até centrífugas para produção de tubos de grandes dimensões (Figura 18), entretanto, o desenho esquemático apresentado na Figura 17 é uma representação da maioria dos equipamentos utilizados neste tipo de processo.

Equipamentos de grande porte, para fabricação de tubos com grandes diâmetros externos, podem apresentar caixas de proteção envolvendo grande parte da máquina, como forma de aumentar a segurança durante a operação.

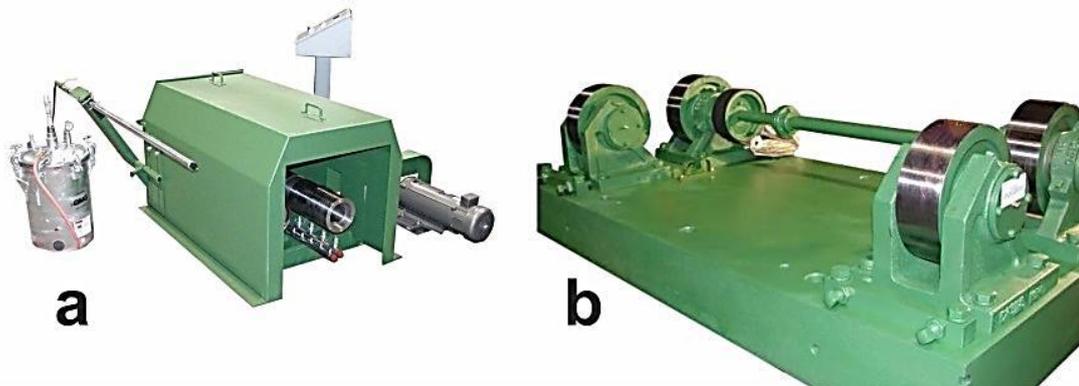


Figura 18. (a) Equipamento de centrifugação para escala piloto, que produz tubos de no mínimo 355 mm de comprimento e diâmetro externo mínimo de 51 mm. (b) Equipamento de centrifugação para escala industrial, sem encapsulamento, que produz tubos de 5,4 m de comprimento e diâmetro externo entre 76 e 451 mm, mostrado aqui sem o molde [37]

3.3.2 Parâmetros do processo

- **Temperatura e velocidade de vazamento**

O metal líquido pode ser introduzido no interior do molde em rotação através de uma das extremidades do molde cilíndrico, em ambas, ou através de um canal de comprimento variável, sendo que a taxa de vazamento, ou de preenchimento deste varia de acordo com o comprimento da peça fundida e da liga metálica utilizada, com estas (taxa de vazamento e comprimento da peça) sendo consideravelmente maiores que as geralmente empregadas na produção de peças por fundição estática convencional. As taxas típicas para a produção de tubos de aço baixa liga com 5 m de comprimento, 500 mm de diâmetro externo e 50 mm espessura de parede são da ordem de 1,1 à 2,2 ton/min [34,35]. Um vazamento excessivamente lento leva a maior porosidade na peça e vazios na peça final, enquanto taxas excessivamente altas levam à solidificações

mais lentas, sendo a principal causa de trincamento longitudinal em peças centrifugadas horizontalmente [35].

A temperatura de vazamento (grau de superaquecimento) do metal é função da liga a ser vazada, do tamanho do molde e de suas propriedades físicas [35]. No caso da centrifugação em moldes permanentes (caso mais comum na prática da fundição centrífuga), o superaquecimento necessário é frequentemente o mesmo necessário para a fundição estática em moldes permanentes [34]. Uma fórmula empírica é sugerida na referência [35], que relaciona o grau de superaquecimento necessário para o vazamento de uma determinada liga com sua resposta ao ensaio de fluidez espiral, resultando, para ligas ferrosas, em superaquecimentos da ordem de 50 à 100°C acima da temperatura *liquidus*. Na prática, as temperaturas de vazamento podem ser maiores ou menores que as necessárias para a fundição estática, pois o a rotação do molde aumenta a velocidade e energia cinética do metal líquido, resultando em maior mobilidade deste, quando comparado à fundição estática [34].

O vazamento do metal líquido a uma velocidade muito elevada ou a temperaturas de vazamento excessivamente altas levam a um defeito conhecido como “*raining*”, onde o movimento rotacional do metal líquido não é suficiente para superar a força da gravidade quando este é movimentado da parte inferior para o topo da cavidade. Dessa forma, o metal líquido que se encontra no topo acaba caindo, ou “chovendo”, sobre o metal que se encontra na parte inferior da coquilha (Figura 19). Este fenômeno, quando ocorre, é bastante prejudicial à qualidade da peça centrifugada, uma vez que se obtém como resultado, a oxidação no metal, além da formação de vazios, rechupes e outros defeitos similares no diâmetro interno de tubos [34,35].

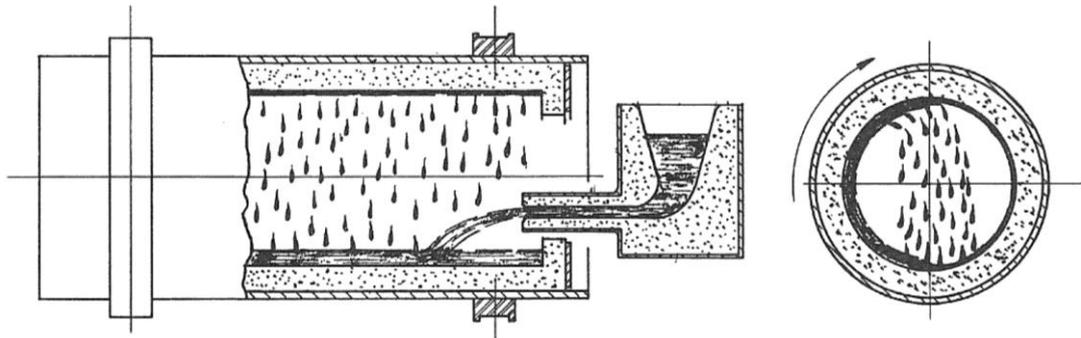


Figura 19. Desenho esquemático representando o fenômeno do *raining*. Adaptado de [34].

O vazamento em temperaturas excessivamente altas ou quando a fluidez do metal líquido é muito elevada, faz com que o metal não acelere imediatamente à velocidade de rotação do molde, gerando também força centrífuga insuficiente para manter o metal aderido ao molde.

Quando as características de processamento de temperatura de vazamento e fluidez que ocasionam o *raining* não puderem ser evitados, o recobrimento do molde, de forma a gerar uma rugosidade adequada ao sua superfície interna, permite que o metal líquido ganhe velocidade mais rapidamente, devido à maior fricção entre o metal líquido e o molde em rotação [34], como apresentado na simulação numérica apresentada na Figura 20.

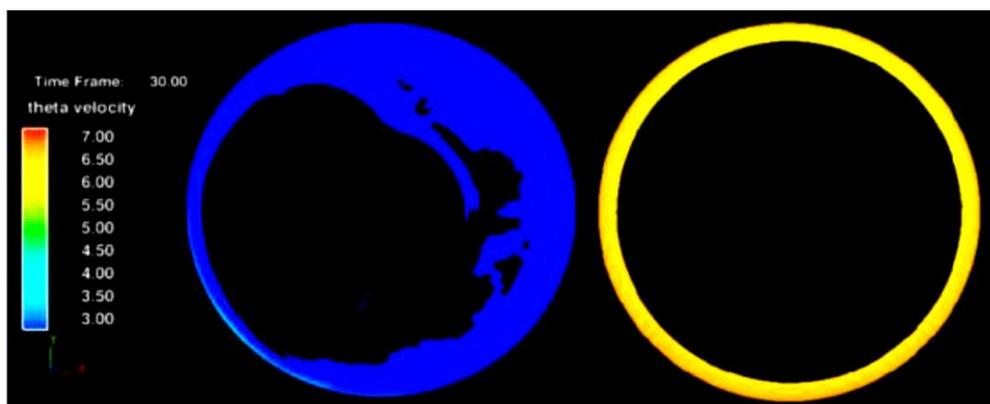


Figura 20. Simulação numérica com baixa rugosidade superficial (à esquerda), com fluxo instável de líquido e simulação numérica com rugosidade adequada, mostrando líquido fluindo de forma estável [40].

- **Temperatura do molde**

A temperatura inicial do molde, a qual este deve ser aquecido para o processo de centrifugação, varia de acordo sua espessura, com o tipo da liga a ser fundida e espessura do produto a ser obtido [35].

O aquecimento, normalmente realizado à gás (por maçaricos) ou através aquecimento elétrico, enquanto o molde rotacional lentamente, de forma a manter a temperatura uniforme [34]. O aquecimento do molde, além de reduzir o choque térmico promovido pelo vazamento do metal no molde, auxilia na evaporação do veículo do recobrimento interno e, principalmente, retarda a solidificação do metal líquido, garantindo que a solidificação se inicie apenas quando o molde estiver preenchido e a velocidade de rotação adequada ou especificada tenha sido atingida.

A elevação da temperatura do molde, como verificado também para a fundição estática, exerce uma função semelhante à elevação da temperatura de vazamento. Em casos onde os moldes apresentam comprimentos relativamente grandes, como na produção de tubos, o metal líquido perde temperatura conforme preenche e percorre a extensão deste (Figura 21).

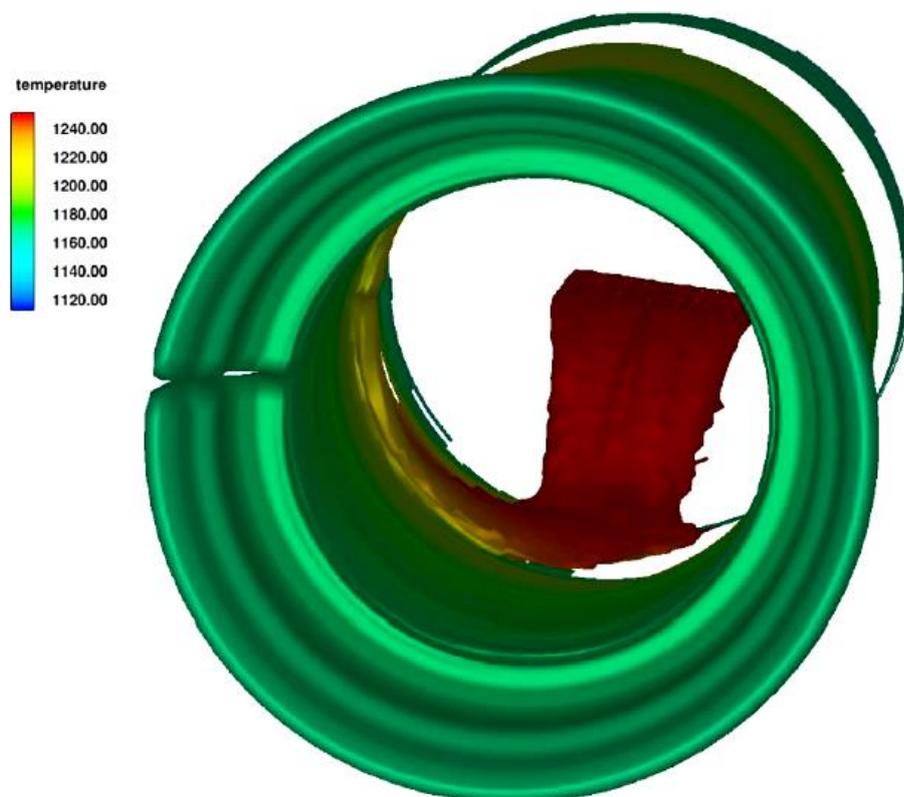


Figura 21. Distribuição simulada de temperatura durante o preenchimento do tubo, vista pela frente. O líquido quente sendo vazado (coloração vermelha) é distribuído ao longo do interior do molde cilíndrico devido à sua rotação [40].

As temperaturas iniciais de moldes podem variar entre 70 e 400°C, dependendo do metal a ser fundido. Para executar a secagem do recobrimento a mínima temperatura de aquecimento é da ordem de 120°C, dependendo da composição do veículo utilizado na suspensão cerâmica (tinta). Moldes para centrífugas onde altas taxas de produção são exigidas, as temperaturas de aquecimento do molde podem variar de 200 à 260°C, inclusive com alguns tipos de peças necessitando de temperaturas da faixa de 315 à 425°C. Entretanto operar moldes metálicos acima de 400°C leva a diminuição de sua vida útil [34,36].

Embora seja um parâmetro de processamento importante, a temperatura do molde não afeta as estruturas obtidas nas peças centrifugadas tão fortemente

como outros parâmetros, como velocidade de rotação e temperatura de vazamento [35].

- **Velocidade de rotação**

A rotação do molde gera uma força centrífuga, na direção radial do molde cilíndrico, de seu centro para superfície interna, de forma que o metal líquido é empurrado contra a parede do molde. A força centrífuga gerada pode ser muito elevada, daí moldes metálicos serem preferidos. A unidade usual de medida para a força centrífuga empregada nos processos de centrifugação é o *G*, que consiste em quantos múltiplos da força gravitacional a força empregada equivale [35-36]. A força desenvolvida é função da velocidade de rotação, do diâmetro do molde e da densidade do metal líquido é dada por:

$$F = \frac{2.\pi^2.m.N^2.D}{g} \quad (1)$$

onde *m* é a massa de metal, *N* é o a velocidade de rotação (revoluções por minuto) e *g* a aceleração local da gravidade. Na prática industrial, para um determinado tipo de liga, ábacos, como o exemplo apresentado na Figura 22, podem ser construídos, utilizando a equação 1, facilitando bastante a determinação da velocidade de rotação necessária para se produzir uma determinada força em um certo diâmetro externo de tubo.

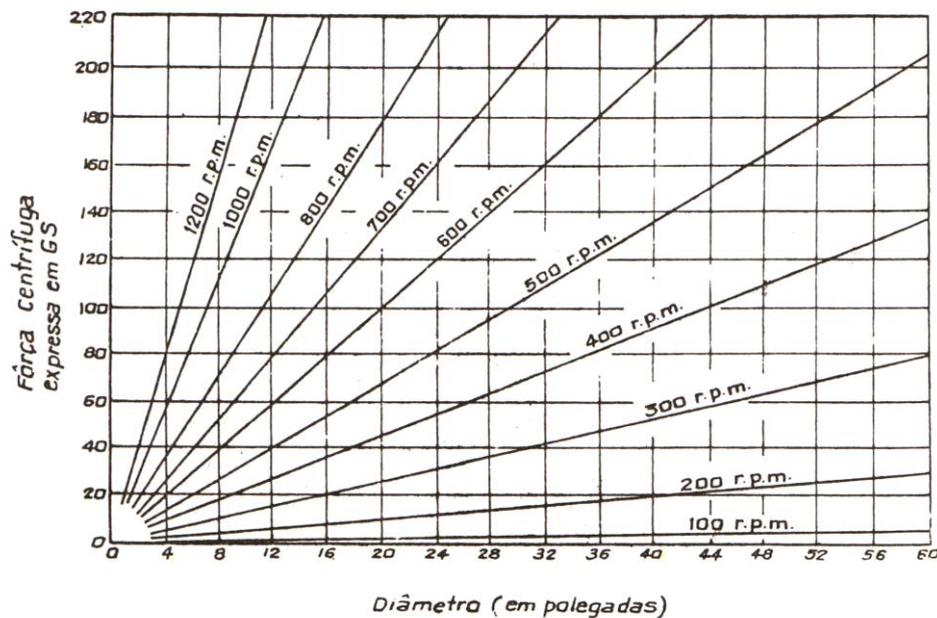


Figura 22. Relação entre velocidade de rotação, diâmetro e força centrífuga expressa em G's [36].

As forças empregadas na fabricação de peças tubulares por centrifugação horizontal podem ser tão baixas quanto 20G, entretanto na prática industrial, tubos e dutos são produzidos utilizando-se forças na faixa entre 40 e 60G, e em alguns casos, forças maiores que 100G podem ser empregadas na produção de metais de alta liga [34].

A velocidade de rotação aplicada durante o processo, por vezes, não é constante, mas varia em ciclos. Durante o vazamento o molde é rotacionado à uma velocidade suficiente para que o metal seja empurrado contra a parede do molde. Assim que o metal preenche todo molde, atingindo a extremidade oposta ao ponto de vazamento, a velocidade é aumentada. Por fim, a velocidade é mantida constante até o final da solidificação [35].

A velocidade de rotação considerada ideal é aquela que causa rápida adesão do metal líquido ao molde com o mínimo de vibrações, para resultar em uma peça de estrutura mais uniforme. Velocidades muito baixas de rotação podem causar escorregamento entre a camada solidificada e o metal ainda no estado líquido, resultando em acabamento superficial ruim, enquanto velocidade

muito elevadas podem levar a vibrações excessivas, resultando em segregação circunferencial e mesmo tensões circunferenciais altas o suficiente para promoverem clivagem radial e trincas circulares durante a contração na solidificação [34-35].

A força centrífuga gera um gradiente de pressão no metal líquido através da espessura do tubo, causando separação de constituintes de menor densidade (como escórias, inclusões e impurezas não-metálicas) no diâmetro interno, bem como nas extremidades em decorrência da força centrípeta. Entretanto esta região rica em impurezas é pequena, podendo ser posteriormente removida por usinagem da superfície interna e por corte e descarte das pontas do tubo [34-35].

- **Resfriamento**

Virtualmente todos os moldes são resfriados por outro meio que não o ar, pois do contrário, a temperatura destes elevaria cada vez mais, a cada ciclo de produção. Moldes resfriados apenas por ar são bastante ineficientes e usados apenas para baixas taxas de produção. A maioria dos moldes é resfriada por jatos d'água, lançados diretamente sobre a sua superfície, sendo muito eficientes em remover o calor do molde, como também em manter o molde em uma temperatura adequada. Os jatos são acionados (podendo ser de forma automática como manual), assim que o processo de vazamento foi completado. Tentativas foram realizadas de forma a automatizar o tempo de resfriamento do molde, porém muitas dificuldades foram encontradas, devido ao uso de pirometria por radiação como forma de leitura adequada da temperatura do molde: o vapor d'água resultante do resfriamento dificulta bastante uma leitura precisa da temperatura em diferentes regiões do molde.

Em moldes muito longos, os jatos ao longo deste podem ser ajustados em sua vazão ou, como se faz usualmente, no número destes que são ligados ao longo do comprimento do molde, de forma a homogeneizar a temperatura ao longo deste [34].

3.3.3 Solidificação e microestrutura típicas de produtos centrifugados

Na fundição centrífuga horizontal, como usualmente empregada, a solidificação se inicia no metal líquido em contato na parede do molde resfriamento por jatos d'água, no que será a superfície externa do tubo, e se prossegue através da espessura da peça fundida, na direção do diâmetro interno.

As microestruturas mais encontradas nos produtos centrifugados de ligas ferrosas constituem de uma camada muito fina de grãos colunares, seguida de estruturas de grãos colunares adjacentes à camada fina e, por fim, uma estrutura de grãos equiaxiais mais ou menos finos (Figura 23.a). Esta estrutura básica dos produtos centrifugados é relativamente independente das fases que solidificam primariamente. A estrutura apresentada na Figura 23.b pode ser encontrada em aços que se solidificam como ferrita, onde as áreas colunares podem não estar presentes dependendo da combinação de superaquecimento e espessura de recobrimento do molde. Vibrações excessivas durante o processamento pode acarretar em microestruturas equiaxiais em bandas, devido a recirculação de líquido durante a solidificação (Figura 23.c) [35].

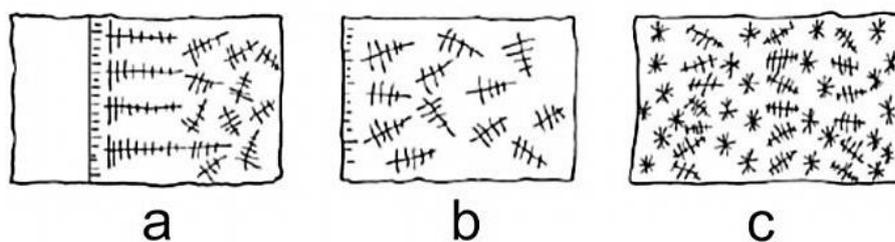
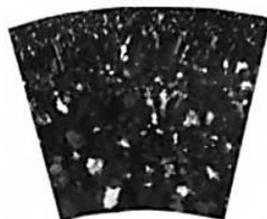


Figura 23. Estruturas típicas encontradas em ligas ferrosas centrifugadas. (a) Camada colunar fina, seguida de grãos colunares grandes, orientados e, por fim, uma zona de grãos equiaxiais, mais comum. (b) Estrutura constituída completamente por grãos equiaxiais. (c) Estrutura bandeada de grãos equiaxiais de várias faixas de tamanhos. Adaptado de [35].

A estrutura apresentada na Figura 23.a é a mais comumente encontrada, sendo que nesta, a largura da camada equiaxial, ou o comprimento da região colunar varia de acordo com vários fatores, que podem ser controlados, de forma a se obter uma fração determinada e desejada de equiaxial.

- **Taxa de resfriamento:** quanto maior a taxa de resfriamento, menor o comprimento, ou a fração de grãos colunares. Pode-se diminuir a taxa de resfriamento com o aumento da temperatura de vazamento, por diminuição da intensidade do resfriamento forçado (diminuição da vazão dos jatos d'água), aumento da espessura da tinta refratária utilizada para recobrir a parede do molde e alterando-se o material do molde por um que apresente menor condutividade térmica. Peças maiores tendem a apresentar regiões colunares maiores, pois necessitam naturalmente de maior tempo de solidificação e conseqüentemente sofrem menores taxas de resfriamento.

Molde de Grafite



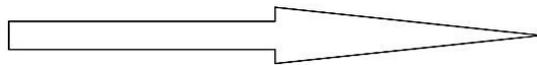
Molde de Ferro fundido



Figura 24. Efeito do material do molde na estrutura do tubo: o molde de grafite, mais condutivo que o ferro fundido, diminui o comprimento relativo da região de grãos colunares [41].

- **Composição química:** maiores teores de elementos de liga levam a uma diminuição da região colunar, devido ao maior efeito de rejeição de soluto na frente de solidificação, levando à maior superresfriamento constitucional.

- **Adição de fluxos e inoculantes** [38], que promovem um aumento a taxa de nucleação de sólidos no seio do líquido, refinando a estrutura.
- **Turbulência no fluxo:** vibrações ocasionadas por velocidades de rotação excessivas, mal alinhamento do eixo da máquina, ou mesmo turbulência intencional por aplicação de agitação magnética [41-43] favorecem o desenvolvimento de grãos equiaxiais por nucleação dinâmica [44], reduzindo o comprimento da região colunar.



Aumento na intensidade do campo eletromagnético aplicado

Figura 25. Influência do campo eletromagnético aplicado no comprimento da zona colunar. Adaptado de [42].

Em ligas ferrosas que se solidificam como austenita é bastante comum obter-se estruturas 100% colunares [35], porém uma vez que as superfícies internas dos tubos centrifugados devem ser usinadas de forma uniformizar a superfície interna e remover a camada mais rica em inclusões e porosidade, dependendo da espessura da camada equiaxial esta última pode ser removida, resultando em um tubo com estrutura 100% colunar, mesmo então que uma pequena quantidade de grãos equiaxiais possa ter ocorrido.

Aços fundidos por centrifugação, bem como bronzes, apresentam melhores propriedades mecânicas (como resistência, ductilidade e tenacidade) que análogos fundidos convencionalmente em areia. O principal motivo para tal melhoria está diretamente ligado à microestrutura menos grosseira obtida na

centrifugação, a qual ocorre devido a maior taxa de resfriamento imposta na fundição centrífuga (oriunda do molde metálico geralmente empregado e pelo resfriamento forçado por água), bem como a menor quantidade de inclusões no interior da peça.

3.3.4 Tubos bimetálicos centrifugados

A fundição centrífuga permite a fabricação de tubos bimetálicos cladeados, de maneira relativamente simples. O processo consiste em inicialmente vaziar, centrifugar, e solidificar um tubo que consistirá na parte externa do tubo bimetálico. Após um tempo adequado (entre 10 e 60 segundos) para que o metal externo esteja totalmente solidificado, o metal que irá compor a parte interna do tubo é vazado sobre o metal da parte externa, centrifugado e solidificado sobre o metal externo, virtualmente utilizando o metal externo como molde. Assim a produção de tubos bimetálicos centrifugados consiste em dois processos de centrifugação seguidos ao invés de um único, como ocorre na produção de tubos convencionais [34-35,45-46].

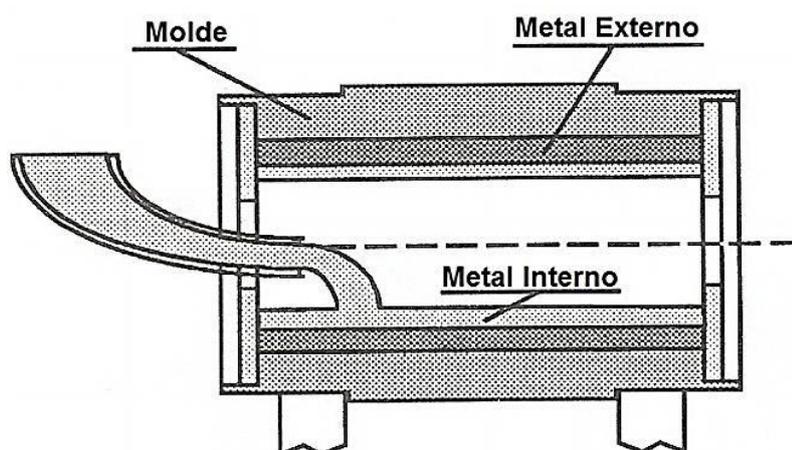


Figura 26. Desenho esquemático da produção de tubos bimetálicos por centrifugação. Adaptado de [34].

A qualidade da ligação metalúrgica entre os dois tipos de metais depende da qualidade e da limpeza da superfície da liga que compõe o externo do tubo, sobre a qual o metal da parte interna do tubo irá solidificar. Entretanto, durante o vazamento do metal interno, há suficiente lavagem da superfície do metal externo por erosão, que promove a limpeza, refusão e remoção de escórias para outras regiões da peça fundida que não a interface.

Entretanto, o tempo entre o vazamento do primeiro material e o do segundo, é crucial para a qualidade da ligação dos materiais no tubo: tempos muito longos levam a uma ligação fraca entre as ligas e não inteiramente perfeita ao longo do tubo, enquanto que, tempos muito curtos, levam a erosão excessiva, com uma redução nas dimensões do material externo, que diminui gradualmente ao longo do tubo, bem como alteração na composição química do material interno [34].

Uma das formas também de se evitar a erosão excessiva é através do vazamento dos materiais por extremidades opostas, uma vez que para tubos de longo comprimento, durante o preenchimento do molde, ocorre apreciável resfriamento do metal líquido e, ao se vazarem o material interno na região oposta ao vazamento do material externo, que se encontra mais fria, pode se obter uma melhor equalização da temperatura ao longo do tubo, uniformizando de maneira mais eficiente as características da interface [46].

O controle do tempo entre os vazamentos e da temperatura permite regular a intensidade da erosão e o grau de perfeição da ligação entre os materiais. Entretanto, o ponto adequado de operação é normalmente determinado empiricamente, através de algumas corridas (vazamentos preliminares) testes, cuja quantidade necessária é bastante depende da habilidade do operador [34].

A combinação de materiais possíveis para a produção de fundidos bimetálicos é bastante ampla e flexível. Porém, é comum a preferência por combinações que envolvam ligas como elementos internos com menores pontos de fusão, bem como materiais com propriedades físicas semelhantes [34,35]. Quando pequenas camadas de material interno serão aplicadas, ligas com

coeficiente de expansão menor que o material externo são mais adequadas, pois durante o resfriamento o material interno é posto em compressão, aumentando a resistência à propagação de trincas na interface entre ambos os materiais [35]. As combinações de ligas e as aplicações bem sucedidas de produtos bimetálicos centrifugados são bastante diversificadas, sendo apresentadas, de forma resumida na Tabela 3.

Tabela 3. Combinações de materiais utilizadas na fabricação de tubos bimetálicos fundidos por centrifugação. Adaptado de [35].

Material externo	Material Interno	Aplicações Típicas
Ferro fundido coquilhado	Ferro fundido cinzento	Rolamentos
Ferro fundido 27% Cr	Ferro fundido ao Ni	Rolos de laminadores
Aço baixa liga	Aço Mn-Mo	Rolos para lingotamento Contínuo
Aço baixa liga	Ferro fundido Ni-Hard, martensítico ou ferro fundido branco 27% Cr	Aplicações resistentes ao desgaste
Ferro fundido branco Cr -Ni	Ferro fundido cinzento dúctil	Rolos de laminadores
Ferro fundido branco ao Cr	Ferro fundido cinzento	Rolos de laminadores
Aço inoxidável	Ferro fundido cinzento	Rolos para a indústria de papel e celulose
Aço baixa liga	Ferro fundido cinzento perlítico, aço inoxidável ou superliga	Linhas e tubulações em aplicações resistentes à corrosão

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Seleção das ligas utilizadas como *backing steel* e como *CRA*

Para a fabricação da parte externa do tubo (o *backing steel*) foi escolhido o aço ARBL dado pela norma API 5L, classe PS2, categoria X65Q (limite de escoamento mínimo de 448 MPa, temperado e revenido).

Tabela 4. Composição química para tubo PSL 2, especificação X65Q, segundo a norma API 5L.

Fração mássica máxima											C equiv. % máx.	
Fe	C	Si	Mn	P	S	Nb+Ti+V	Cu	Ni	Cr	Mo	CE _{IW}	CE _{Pcm}
Bal.	0,18	0,45	1,80	0,025	0,025	0,15	0,50	1,00	0,50	0,5	0,43	0,25

Os teores máximos de carbono equivalente são calculados, como especificado pela API 5L, pelas seguintes formas:

$$CE_{Pcm} = C + \frac{Si}{30} + \frac{Mn}{20} + \frac{Cu}{20} + \frac{Ni}{60} + \frac{Cr}{20} + \frac{Mo}{15} + \frac{V}{10} + 5B \quad (2)$$

$$CE_{IW} = C + \frac{Mn}{6} + \frac{(Cr+Mo+V)}{5} + \frac{(Ni+Cu)}{15} \quad (3)$$

O material escolhido para a fabricação da parte interna do tubo, que será resistente à corrosão, foi a liga de Ni-Cr-Mo 625 (denominada também como Inconel 625, nome comercial empregado pela *International Nickel Co.* (INCO), e especificada pelas normas UNS N06625 e DIN W.Nr. 2.4856, sendo umas das ligas determinadas pela norma API 5LD, que especifica os materiais e

propriedades de tubos bimetálicos *lined* e cladeados, como uma das *CRA* aplicáveis na produção do *liner* ou da camada interior cladeada.

Tabela 5. Composição química da liga Ni-Cr-Mo 625 [9].

Fração mássica dos elementos												
Ni	Cr	Fe	Mo	Nb+Ta	C	Mn	Si	P	S	Al	Ti	Co
Mín. 58,0	20,0- 23,0	Máx. 5,0	8,0- 10,0	3,15- 4,15	Máx. 0,10	Máx. 0,50	Máx. 0,50	Máx. 0,015	Máx. 0,015	Máx. 0,40	Máx. 0,40	Máx. 1,0

4.2 Produção dos tubos avaliados

Os tubos foram produzidos e fornecidos pela ENGEMASA Engenharia e Materiais LTDA., localizada na cidade de São Carlos. Dois tubos foram utilizados: o tubo bimetálico API 5F X65Q / Inconel 625 e um tubo monocamada de API 5L X65Q.

4.2.1 Tubo bimetálico

As ligas que compunham a parte externa (API 5L X65Q) e a parte interna (liga 625) foram preparadas a partir da fusão de ligas-mães, elementos de alta pureza e aparas selecionadas em fornos de indução, em volume adequado para se obter um tubo com a espessura desejada. Pouco antes do vazamento das ligas, amostras da panela são retiradas para checagem da composição química via espectrometria utilizando espectrômetros de queima LECO, modelo CS-400 (para determinação do teor de carbono e enxofre) e de emissão óptica do tipo

Jarrel-Ash, modelo ATOMCOMP 750, para determinação dos teores dos elementos restantes.

Tabela 6. Composições químicas dos materiais constituintes do tubo bimetálico, amostras coletadas na panela, antes do vazamento.

Ligas	Elemento (%p)														
	Fe	C	Si	Mn	P	S	Nb	Ti	V	Cr	Ni	Cu	Co	Al	Mo
Backing steel	Bal.	0,17	0,31	0,96	0,0178	0,010	0,009	0,004	-	0,09	0,07	0,02	-	0,004	0,017
CRA	1,57	0,007	0,30	0,14	0,004	0,003	3,57	0,27	0,045	21,62	Bal.	0,04	0,11	0,17	9,26

As ligas fundidas foram vazadas na centrífuga, já em uma rotação adequada, em duas etapas:

- 1) Vazamento do material constituinte da parte externa do tubo no molde metálico;
- 2) Após um tempo já pré-determinado, vazamento da parte interna no interior do tubo externo, mantendo-se a velocidade de rotação da coquilha.

Cumpridos estes dois procedimentos, jatos d'água foram ligados, visando o resfriamento do molde da centrífuga. Após a solidificação do metal da parte interna se completar, a centrífuga foi parada e o tubo retirado, com o término de seu resfriamento ocorrendo em ar calmo.

Tabela 7. Parâmetros do processo de centrifugação do tubo bimetálico.

Temperatura do molde (lado de vazamento)	180°C
Temperatura do molde (lado oposto)	217°C
Temperatura do aço API 5L X65Q na panela de vazamento	1690°C
Temperatura do Inconel 625 na panela de vazamento	1632°C
Velocidade de rotação	2074 RPM
Tempo entre os vazamentos	50 s
Espessura projetada de API 5L X65Q	8 mm
Espessura projetada de Inconel 625	9 mm

As dimensões brutas do tubo obtidas foram de 2980 mm de comprimento, diâmetro externo de 108 mm e interno de 74 mm. Pequenos trechos das extremidades do tubo foram cortados e descartados, uma vez que, nestas regiões, por características do próprio processo de centrifugação, se concentram inclusões e porosidades devido ao acúmulo de gases. O mesmo ocorre na superfície interna do tubo, que é usinada para a remoção de alguns milímetros da superfície interna, eliminando os defeitos citados anteriormente e corrigindo a rugosidade interna do tubo. Após o corte das extremidades e da usinagem do diâmetro interno, as dimensões finais do tubo foram: 2374 mm, diâmetro externo de 108 mm e interno de 84 mm. Com isso, a espessura projetada no tubo final seria de 8 mm de *backing steel* (API 5L X65Q) e 4 mm de *CRA* (Inconel 625).

A sanidade do tubo foi primeiramente avaliada por meio de ensaio de líquido penetrante em sua superfície externa, ao longo de todo seu comprimento, visando verificar se houve a ocorrência de alguma trinca ou porosidade. Anéis transversais de três regiões distintas (próximo ao lado do vazamento, ao meio e próximo à extremidade oposta ao vazamento) também foram retiradas para

avaliação da espessura obtida em cada material componente do tubo, além da execução de ensaio de líquido penetrante em cada uma delas para avaliar se existem descontinuidades e defeitos na interface entre os materiais.

O tubo bimetálico foi dividido em três regiões para análise: uma mais próxima do lado do vazamento (denotado lado vazado), uma na metade do comprimento total do tubo (denotada meio do tubo) e uma mais próxima do lado oposto ao vazamento (denotado lado oposto).



Lado vazado



Meio do tubo



Lado oposto

Figura 27. Regiões analisadas no tubo bimetálico.

4.2.2 Tubo monocamada API 5L X65Q

O tubo monocamada de API 5L X65Q, que foi utilizado como referência para os ensaios do tubo bimetalico, foi processado como um fundido centrifugado convencional, sendo preparado a partir da fusão de ligas-mães, elementos de alta pureza e aparas selecionadas em forno de indução, com volume de matéria-prima adequado e composição química previamente balanceada.

Pouco antes do vazamento das ligas, amostras da panela são retiradas para checagem da composição química via espectrometria utilizando espectrômetros de queima LECO, modelo CS-400 e de emissão óptica do tipo Jarrel-Ash, modelo ATOMCOMP 750, para determinação dos teores dos elementos restantes.

Tabela 8. Composição química do tubo monocamada de API 5L X65Q, amostra coletada na panela, antes do vazamento.

Material	Elemento (%p)													
	Fe	C	Si	Mn	P	S	Nb	Ti	V	Cr	Ni	Cu	Al	Mo
Tubo monocamada	Bal.	0,15	0,35	0,98	0,018	0,010	0,017	0,023	0,027	0,24	0,08	0,02	0,02	0,03

A liga API 5L X65Q foi vazada e centrifugada, já em uma rotação adequada, mantendo-a sobre rotação por 2 minutos. Então, jatos d'água foram então ligados resfriando o molde da centrífuga. Após a solidificação se completar, a centrífuga foi parada e o tubo retirado, com o prosseguimento de seu resfriamento ocorrendo em ar calmo.

Tabela 9. Parâmetros do processo de centrifugação do tubo monocamada.

Temperatura do molde (lado de vazamento)	145°C
Temperatura do molde (lado oposto)	184°C
Temperatura do aço API 5L X65Q na panela de vazamento	1653°C
Velocidade de rotação	1794 RPM
Espessura projetada de API 5L X65Q	18 mm

As dimensões brutas obtidas para o tubo foram: 3850 mm de comprimento, diâmetro externo de 127 mm e interno de 90 mm. Após os descartes das partes cumuladas de defeitos as dimensões finais do tubo foram 3500 mm de comprimento. O diâmetro interno não foi usinado, sendo os corpos de provas ao serem usinados foram deslocados para o diâmetro externo, evitado a região com maior concentração de defeitos localizada diâmetro interno do tubo.

4.3 Retirada de amostras dos tubos

Para a retirada de amostras para ensaios mecânicos e análises microestruturais, foram cortados segmentos dos tubos utilizando serras de fita com refrigeração, com cerca de 14 mm de comprimento (chamadas de buchas). Destes segmentos de tubo foram extraídos tiras longitudinais, também obtidas por corte utilizando serras de fita. Na Figura 28, é apresentada de forma esquemática a retirada de amostras dos segmentos de tubos.

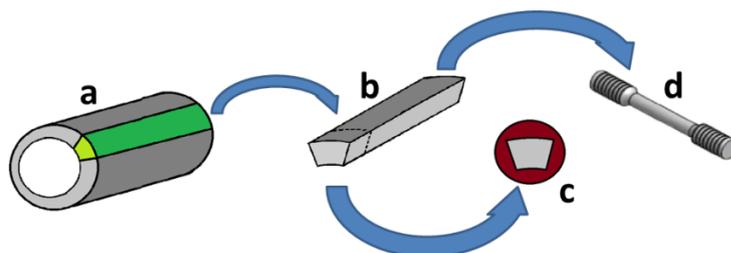


Figura 28. Metodologia para a retirada de amostras dos tubos: (a) Posição da amostra orientada longitudinalmente no tubo antes de ser retirada; (b) amostra longitudinal para tratamentos térmicos (ou avaliação do tubo no estado bruto); (c) amostra embutida em resina, com a região transversal do tubo orientada para observação, para análise microestrutural; (d) corpo de prova de ensaio mecânico já usinado.



Figura 29. Bucha do tubo monocamada pronta para ser cortada em tiras (à esquerda) e tira do tubo bimetálico, retirada do meio do tubo (à direita).

4.4 Tratamentos térmicos aplicados aos tubos

Para a realização dos tratamentos térmicos foram utilizados fornos muflas do Laboratório de Desenvolvimento e Controle de Processos da ENGEMASA Engenharia e Materiais LTDA. Os tratamentos empregados foram à solubilização

e o revenimento. A solubilização é um tratamento típico de ligas resistentes à corrosão e superligas, que visa solubilizar na matriz as fases deletérias às propriedades mecânicas e à resistência a corrosão, e manter os elementos destas fases solubilizados na matriz por meio de um resfriamento rápido (têmpera). A solubilização utilizada consistiu em aquecer as tiras a serem tratadas à $1200\pm 5^{\circ}\text{C}$ e manter nesta temperatura por 1h, e em seguida as tiras eram retiradas do interior do forno e mergulhadas em um tonel de água sobre agitação (executando assim a têmpera).

Os tratamentos de revenimento utilizados foram realizados nas tiras já solubilizadas consistiram em aquecer até as temperaturas de $500\pm 5^{\circ}\text{C}$, $550\pm 5^{\circ}\text{C}$, $600\pm 5^{\circ}\text{C}$, $650\pm 5^{\circ}\text{C}$, $700\pm 5^{\circ}\text{C}$ ou $750\pm 5^{\circ}\text{C}$, mantê-las em temperatura por 1h e em seguida as tiras eram retiradas do forno e deixadas em ar calmo para resfriar.

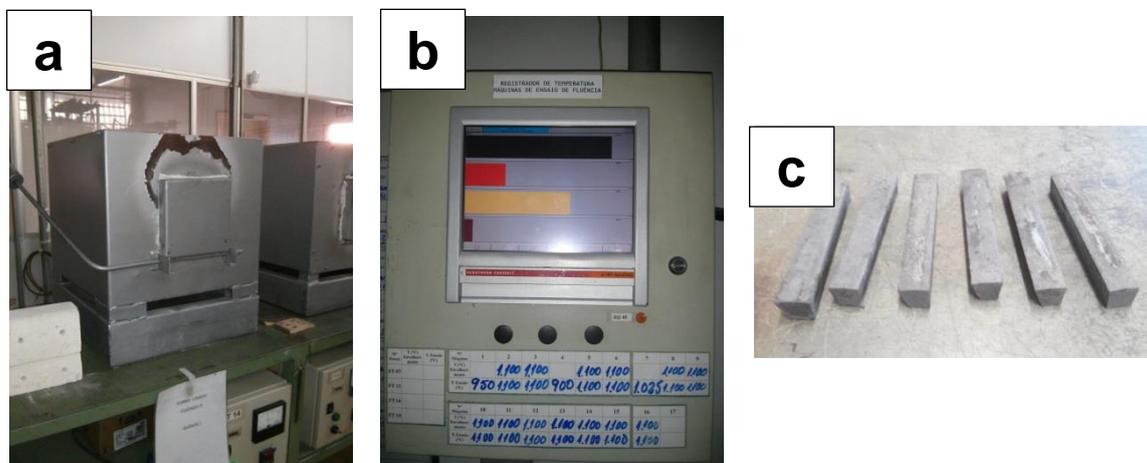


Figura 30. Forno mufla utilizado para os tratamentos térmicos (a), (b) registrador de temperaturas para controle do tratamento e (c) tiras de tubo monocamada após tratamento de revenimento.

4.5 Caracterização microestrutural na interface do tubo bimetálico

4.5.1 Microscopia ótica (MO)

Para a análise por microscopia ótica foram retiradas amostras da seção transversal dos tubos conforme a Figura 28.c. As amostras foram cortadas utilizando uma cortadeira tipo *cut off* Arotec modelo Arocor 40, utilizando disco de corte abrasivo, com fluido refrigerante. As amostras cortadas foram embutidas em resina baquelite utilizando uma embutidora Arotec modelo PRE 30M, lixadas em lixas d'água de granulometrias decrescentes sucessivas (mesh 120, 240, 320, 400, 600 e 1200), polidas em suspensão de alumina 1 μm . Após, estas foram atacadas com reagentes químicos adequados para cada material, de forma a revelar a microestrutura.

As imagens de microscopia ótica (MO) foram adquiridas utilizando-se um microscópio ótico Olympus, modelo BX41M-LED, com sistema de aquisição e processamento de imagens Infinity Capture acoplado.

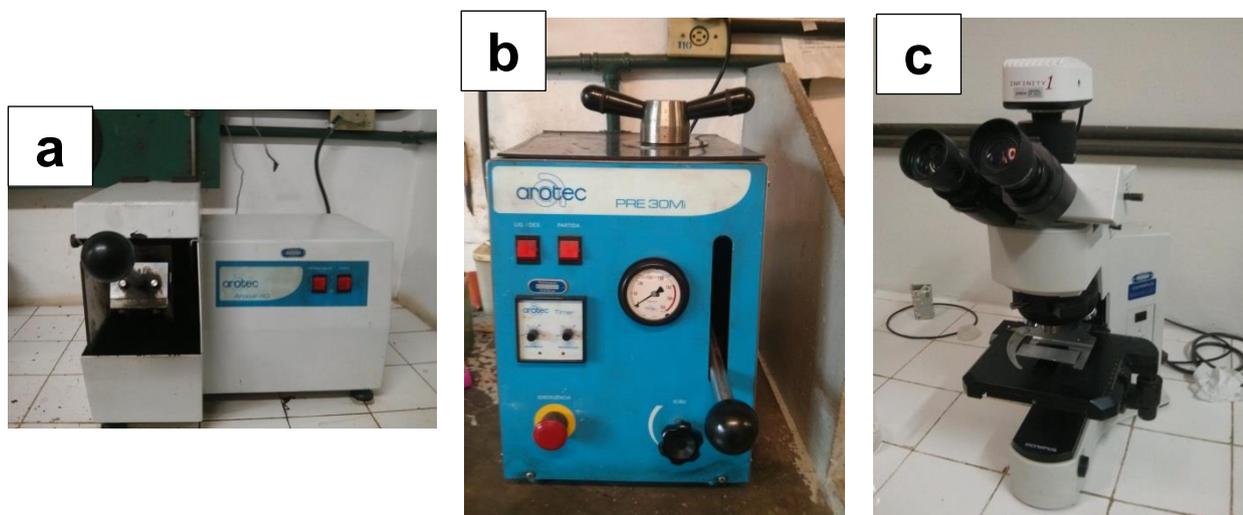


Figura 31. (a) Cortadeira *cut off* Arotec Arocor 40. (b) Embutidora Arotec PRE 30M.(c) Microscópio ótico Olympus, modelo BX41M-LED.

4.5.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As análises de microscopia de varredura foram realizadas nas amostras da seção transversal dos tubos e também das superfícies de fratura dos corpos de prova de tração. As amostras das regiões transversais foram preparadas seguindo o mesmo procedimento utilizado para as amostras de microscopia ótica. Para as fraturas não foram realizadas preparações.

As análises de MEV foram realizadas no Laboratório de Caracterização Estrutura (LCE) do DEMa/UFSCar. Foram utilizados dois modelos de microscópio eletrônico de varredura para as imagens: microscópios Philips, modelo XL-30 FEG acoplado à um sistema de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) OXFORD e um microscópio FEI, modelo Inspect S50, acoplado à um sistema de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) EDAX.



Figura 32. Microscópio Philips, modelo XL-30 FEG (à esquerda) e microscópio FEI, modelo Inspect S50 (à direita).

Também através de MEV, foram realizadas análises de difração de elétrons retroespalhados - EBSD (*Electron Backscattering Diffraction*) - combinadas com mapeamento elemental por EDS. Estas análises foram realizadas pelo INMETRO-RJ, utilizando um microscópio FEI, modelo Nova NanoLab 600.

4.5.3 Microscopia eletrônica de transmissão (TEM e STEM)

Para as análises de microscopia de transmissão (MET) na interface do tubo bimetalico, amostras micrométricas compreendendo a interface e mais algumas dezenas de microns de material do *backing steel* e da *CRA*, adjacentes a interface foram obtidas através de através de feixe de íons de Ga focalizado (FIB) *in-situ* através do método “*lift-out*”, através de um equipamento Dual Beam FEI Nova 600 NANOLAB, no INMETRO-RJ. As amostras selecionadas do tubo bimetalico bruto para preparação de amostras por FIB foram preparadas seguindo o procedimento para microscopia ótica previamente. A região delimitada para retirada das amostras foram de aproximadamente 6 µm de cada material constituinte, passando pela interface entre eles.

Foram utilizados dois microscópios eletrônicos de transmissão. Para análises de microscopia de transmissão convencional (CTEM), um microscópio Philips, modelo CM120 operando com fonte termoiônica de emissão à 120 KV. Para análises de microscopia eletrônica de transmissão-varredura (STEM), utilizou-se um microscópio FEI, modelo Tecnai G2 F20 (TEM/STEM) a 200 KV com feixe por emissão de campo (FEG), acoplado à espectroscopia de energia dispersiva (EDS) EDAX. As análises de CTEM e STEM também foram realizadas no Laboratório de Caracterização Estrutura (LCE) do DEMa/UFSCar.



Figura 33. Microscópio Philips, modelo CM120 (esquada) e microscópio FEI, modelo Tecnai G2 F20 (direita).

4.5.4 Difração de raios-X (DRX)

A determinação das fases presentes nos diferentes seguimentos dos tubos analisados foi realizada através da técnica de difração de raios X. O aparelho de difração de raios-X utilizado para fazer as análises é da marca Rigaku, modelo Geigerflex, configurado com cátodo de cobre e monocromador de grafite. As condições utilizadas foram $0,05^\circ$ por passe e tempo de contagem por passo de 5s.

4.6 Caracterização mecânica dos materiais dos tubos e da interface

Para a caracterização mecânica do *backing steel* e da *CRA* nas condições bruto de fundição, solubilizado e revenido foram realizados ensaios mecânicos

nos tubos monocamada e bimetálicos, especificados na norma API 5L, sendo estes:

4.6.1 Ensaio de tração

Ensaio de tração de amostras longitudinais dos tubos, foram realizados em corpos de prova número 2 Tipo II da norma ASTM E8. As propriedades avaliadas foram o limite de escoamento (à uma extensão total de 0,5%), de resistência à tração, o alongamento na ruptura e estricção. Os valores referências serão tomados com os apresentados pela norma API 5L.

Para os corpos de prova bimetálicos, a usinagem ocorreu de forma que o furo de centro para a guia da usinagem fosse centralizado na interface entre os materiais constituintes, visando que o corpo de prova final fosse constituído pelos dois materiais em proporções mais próximas possíveis. Para cada condição de ensaio de cada tubo foram utilizados 2 corpos de prova. Os corpos de prova do tubo bimetálico foram retirados da região do meio do tubo, de forma que apenas dois corpos de prova puderam ser utilizados por condição, dada a quantidade limitada de material disponível para testes. No tubo monocamada também foram utilizados dois corpos de prova por condição de tratamento.



Figura 34. Vista lateral de corpo de prova ASTM E8 número 2 Tipo II, usinado a partir de uma tira longitudinal de tubo monocamada bruto.



Figura 35. Corpo de prova ASTM E8 número 2 Tipo II, usinado a partir de uma tira longitudinal do tubo bimetálico bruto. À esquerda, vista lateral. À direita, vista de topo.

Após a usinagem, os corpos de prova foram avaliados por líquido penetrante, de forma a verificar descontinuidades e porosidades superficiais que possam comprometer o ensaio. Os ensaios foram realizados em uma máquina universal de ensaios Mohr-Federhaff-Losenhausen, modelo 6800, com o alongamento sendo aferido por extensômetro até o ponto de escoamento e, a partir desta região, o extensômetro era removido. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Desenvolvimento e Controle de Processos da ENGEMASA Engenharia e Materiais LTDA.



Figura 36. Máquina universal de ensaios Mohr-Federhaff-Losenhausen, modelo 6800.

4.6.2 Ensaio de impacto Charpy

Os ensaios de impacto foram realizados em amostras do tubo monocamada nas condições solubilizado e solubilizado e revenido. A partir da norma ASTM E23, foram usinados corpos de prova com entalhe em “V” (tipo A), retirados após a finalização do tratamento térmico das tiras. Houve sempre o cuidado de se direcionar o entalhe do diâmetro interno para o externo do tubo. Para cada condição de tratamento, foram utilizadas 2 tiras, sendo usinados 2 corpos de prova a partir de cada uma delas, totalizando um conjunto de 4 corpos de prova por condição de tratamento.

Os ensaios foram realizados à uma temperatura de $0\pm 3^{\circ}\text{C}$, como determinado pela norma API 5LD, utilizando uma mistura de etanol e nitrogênio líquido para resfriar os corpos de prova. O equipamento utilizado para os ensaios foi da marca Frank, modelo 580M, com um pêndulo com carga de 30 kg.



Figura 37. Equipamento de ensaio de impacto Frank, modelo 580M. Carga do pêndulo de 30 kg.

4.6.3 Ensaio de dureza

Os ensaios de dureza Vickers foram realizados em um microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-G 20ST, do Laboratório de Soldagem do DEMa/UFSCar. As amostras medidas foram preparadas seguindo o procedimento para amostras para microscopia ótica. Foram utilizadas cargas de 2,0 Kg (para determinação da dureza dos metais base à 2mm da interface), 300g para o perfil na extensão de parede do tubo bruto e 50g para a dureza ao longo da interface do tubo bimetálico bruto. Os tempos de aplicação de carga foram de 15 s.



Figura 38. Microdurômetro Shimadzu, modelo HMV-G 20ST.

4.6.4 Ensaio de dobramento

Para os ensaios de dobramento do tubo monocamada e do tubo bimetalico, foram utilizados corpos de prova de seção de retangular, com dimensões de 11 por 9 mm.

Os corpos de prova obtidos através de tiras do tubo bimetalico foram usinados de forma que, na face de lado 11 mm, metade desta espessura fosse composta por *backing steel* e metade por *CRA*.

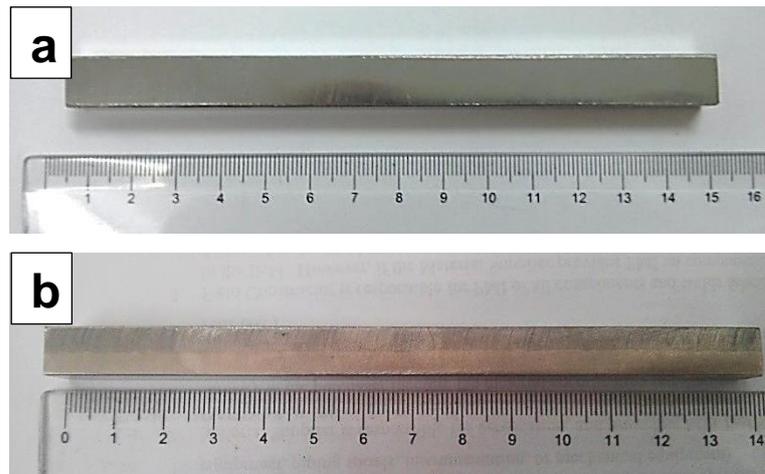


Figura 39. Corpo de prova de seção transversal retangular utilizado para o ensaio de dobramento, do tubo monocamada (a) e bimetalico (b). Vista da face de 11 mm.

Para o dobramento foi utilizada uma máquina universal de ensaios Frank, modelo UPM 70, utilizando um cutelo e uma matriz em “U”, com abertura no topo de 62 mm.



Figura 40. Máquina universal de ensaios Frank, modelo UPM 70 (esquerda) e montagem do sistema cutelo e matriz de dobramento na máquina (direita).

Para a execução do ensaio, as amostras foram posicionadas com a face maior (de 11 mm) paralelas a eixo de descida do cutelo. A velocidade de descida do cutelo foi mantida igual e constante em todos os ensaios e, durante todo o processo, houve um monitoramento minucioso visando evidenciar a ocorrência, ou não, de trincas no corpo de prova. No caso dos ensaios do tubo bimetálico, a face contendo a *CRA* sempre era posicionada no lado oposto ao cutelo, que entrava em contato com a face do *backing steel*.

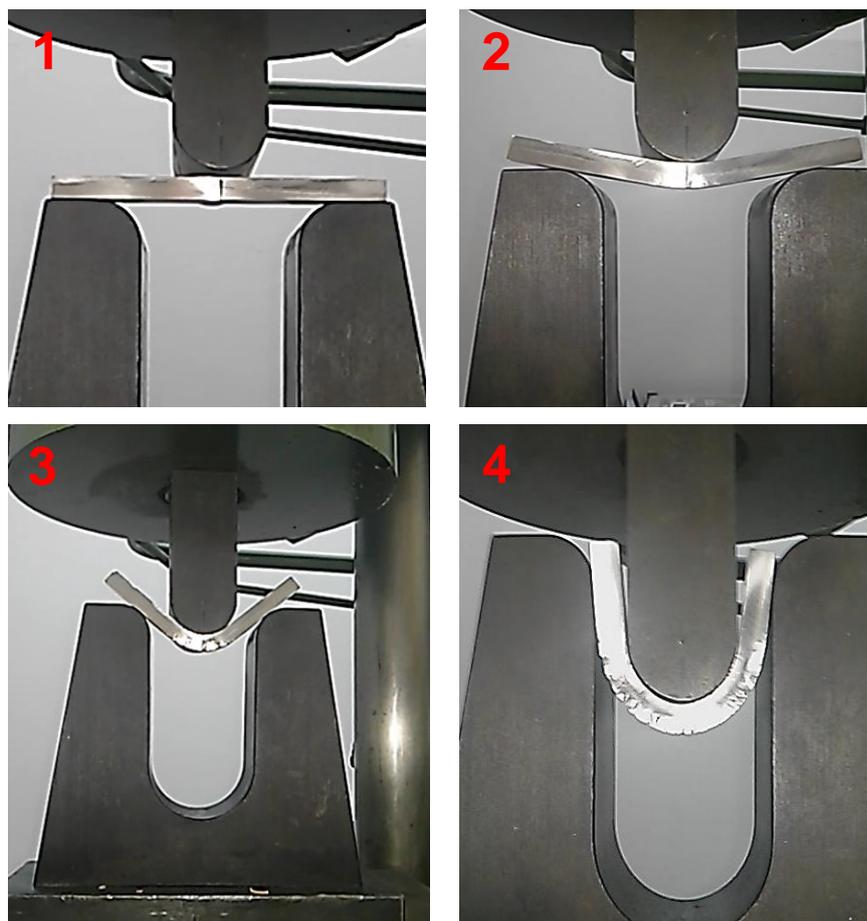


Figura 41. Sequência do ensaio de dobramento de um corpo de prova do tubo bimetalico.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Caracterização microestrutural do tubo bimetálico bruto

5.1.1 Macroestrutura e microestrutura do tubo bimetálico bruto

O tubo bimetálico produzido teve suas três regiões distintas analisadas, segundo apresentado na metodologia. Anéis foram retirados próximos ao lado vazado, ao meio do tubo e ao lado oposto ao vazamento. A macroestrutura das seções transversais destes anéis são apresentadas na Figura 42.

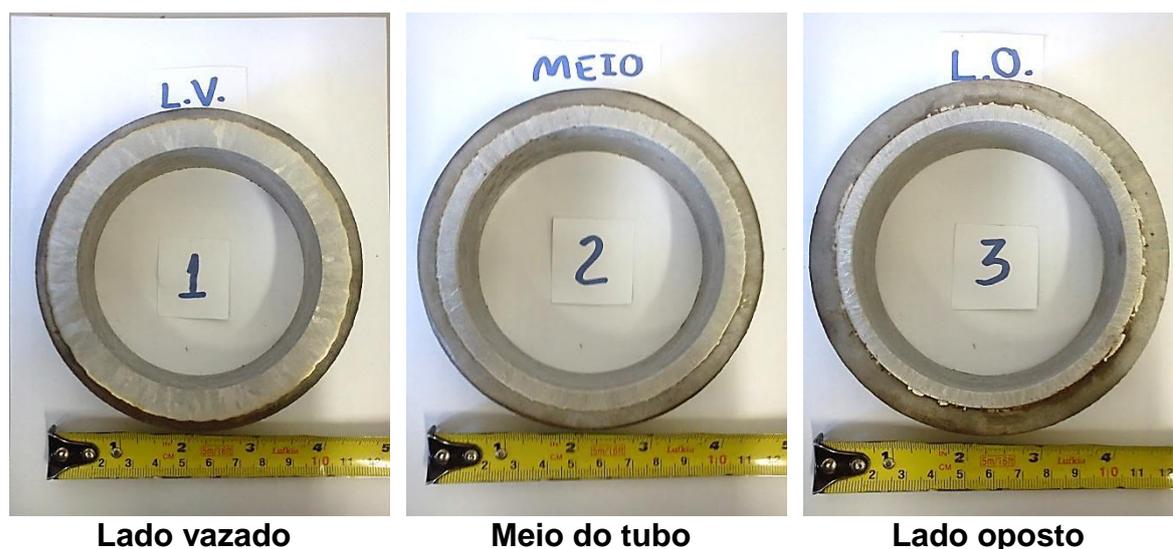


Figura 42. Macrografias das mesmas amostras utilizadas nos ensaios de líquidos penetrantes, atacadas de forma a revelar a CRA. Ataque: Água régia a 80°C.

As macrografias das seções transversais revelaram a não uniformidade das espessuras relativas entre os materiais constituintes do tubo, com uma espessura de parede do *backing steel* sendo menor próxima ao lado do vazamento (cerca de 4 mm), aumentando ao longo do comprimento (cerca de 6 mm no meio e 8 mm próximo ao lado oposto). A discrepância entre a espessura de parede do *backing steel* no lado vazado e no meio do tubo é indicativo da

ocorrência de erosão do backing pela CRA líquida durante o vazamento. As composições gerais da CRA nas três regiões analisadas, medidas por EDS em MEV confirmam erosão, devido ao aumento do teor de Fe, incorporado a CRA líquido durante o processo de centrifugação, para cerca de 16% em peso, bem acima do máximo permitido pela especificação do Inconel 625, que é de 5% em peso.

Tabela 10. Análise semi-quantitativa de EDS do CRA em diferentes posições do tubo.

Região	Fe (%p)	Cr(%p)	Ni (%p)	Mo (%p)
Lado Vazado	15,0±0,4	19,2±0,4	58,2±0,6	7,6±0,5
Meio do tubo	20,0±0,6	17,9±0,6	55,4±0,9	6,8±0,7
Lado oposto	15,7±0,3	19,2±0,3	58,7±0,4	6,5±0,4

O ataque de água régia revela a macroestrutura da CRA que mostrou-se colunar, com grãos com tamanhos maiores no lado vazado e menores no lado oposto. Porém a macroestrutura do *backing steel* não pode ser verificada com este ataque, pois a água é muito agressiva ao aço, oxidando-o. Ainda assim, este ataque revela claramente a interface entre o *backing steel* e a CRA, com defeitos na interface mais nítidos no lado oposto. As seções transversais mais próximas do lado vazado e do meio do tubo apresentaram nos ensaio de líquido penetrante (Figura 43) nenhuma descontinuidade na interface, enquanto a amostra mais próxima do lado oposto ao vazamento apresentou descontinuidades em diversos pontos da interface.

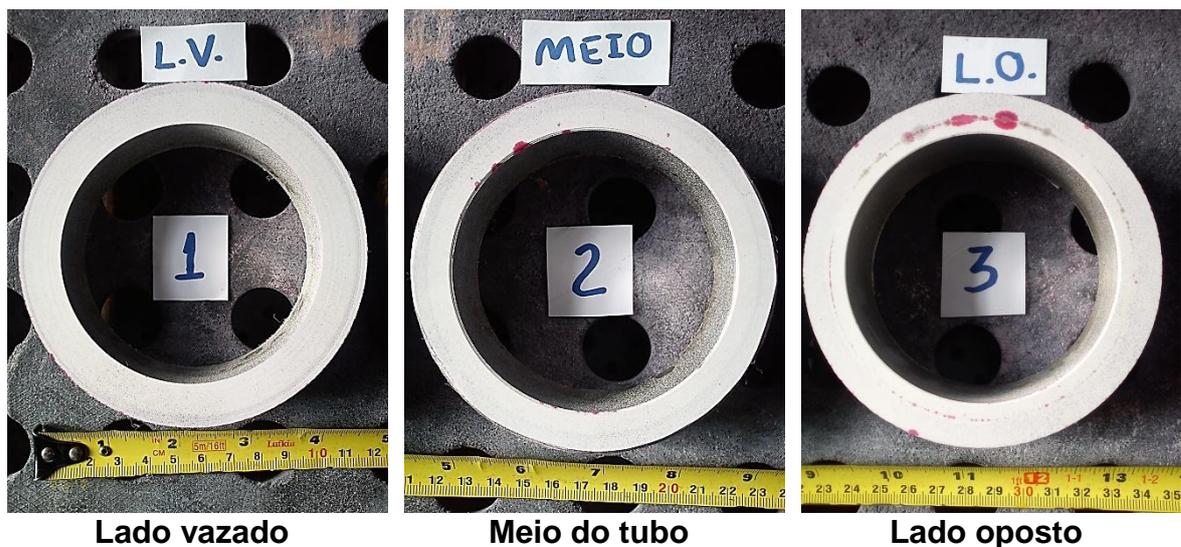


Figura 43. Ensaio de líquido penetrante nas seções transversais das três posições analisadas.

5.1.2 Microestrutura do materiais constituintes do tubo bimetálico bruto

A microestrutura do aço é observada na microscopia ótica (Figura 44), utilizando-se de Nital para revelá-la, sendo que o este não é agressivo o suficiente para atacar e revelar a microestrutura da *CRA*. Observa-se uma estrutura colunar também no aço, sendo mais grosseira no lado oposto do vazamento, e mais fina no lado vazado, como o meio do tubo se apresentando uma microestrutura intermediária. A microestrutura obtida no aço, constituindo de ferrita ($Fe-\alpha$) de grãos alongados e perlita no interior dos grãos austeníticos que se solidificaram de forma colunar e em maiores dimensões. A microestrutura ferrítica-perlítica se mostra mais fina e refinada no meio do tubo e no lado oposto, mostrando pequeno engrossamento no lado oposto ao vazamento.

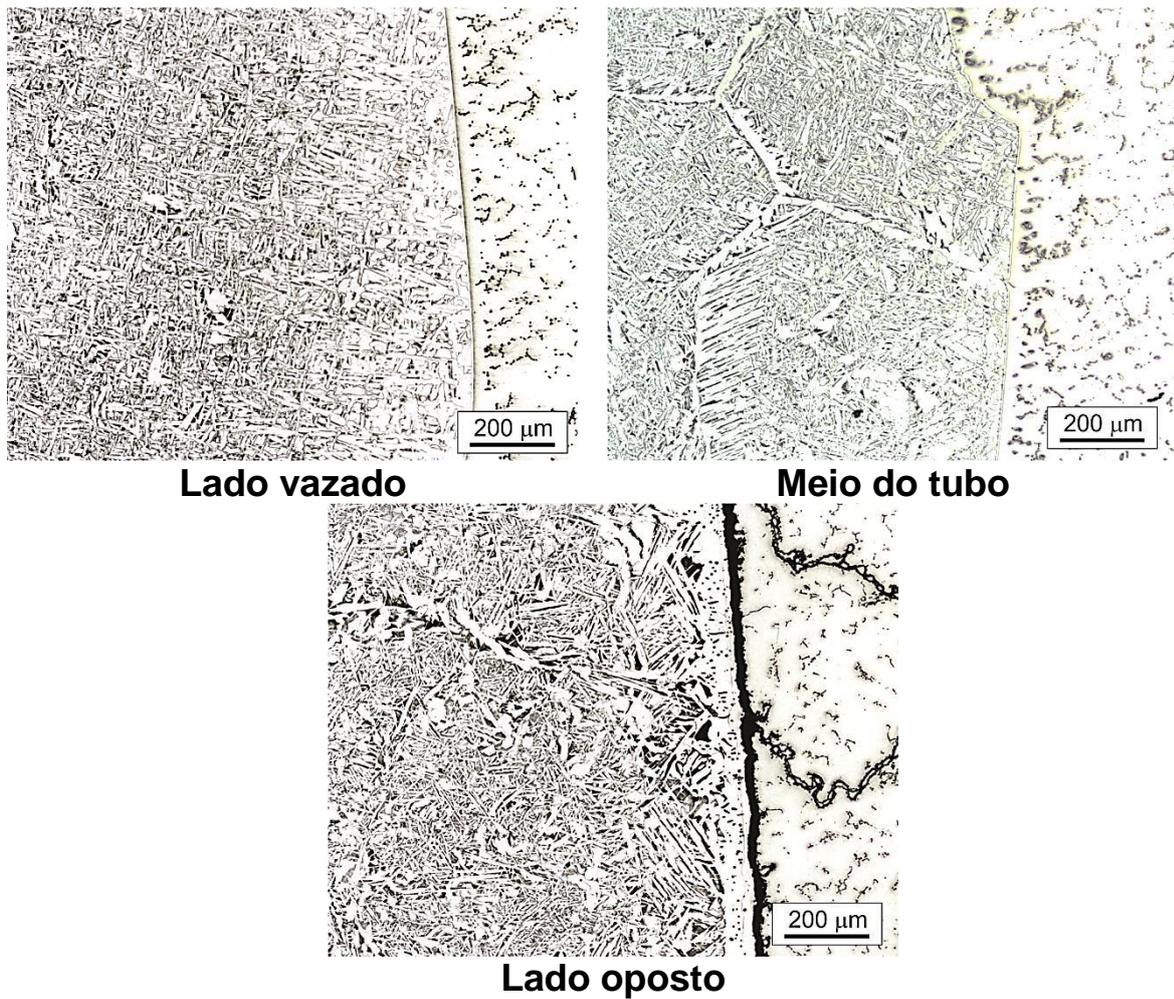


Figura 44. Micrografias das regiões da interface nas diferentes posições do tubo próximas à interface do tubo. Ataque: Nital 2%.

O contorno de grão austenítico é possível de ser observado mesmo após a transformação eutetoíde, uma vez que a ferrita proeutetóide nucleou e cresceu nos contornos de grãos austeníticos, com morfologia de Widmanstätten, de forma a delineá-los. Estes contornos austeníticos permitem observar que também a solidificação no aço se deu de forma direcional, da direção do diâmetro externo (em contato com o molde) para a direção do diâmetro interno, com os grãos austeníticos alongados, orientados nesta direção (Figura 45.a). Como revelado pelo ensaio de líquido penetrante, a interface do lado oposto apresentou descontinuidade ao longo da interface, juntamente com linhas de segregação ao próxima a interface. No lado da *CRA*, a solidificação ocorreu

também de forma direcional, uma vez, como foi possível observar, com a ocorrência de precipitados nos espaçamentos interdendríticos quase que paralelos entre si e que ocorrem a partir de cerca de 20 μm da interface. Como revelado pelo ensaio de líquido penetrante (Figura 43), a interface do lado oposto apresentou descontinuidade na *CRA*, a próxima e paralela à interface, juntamente com linhas de segregação ao próxima a interface.

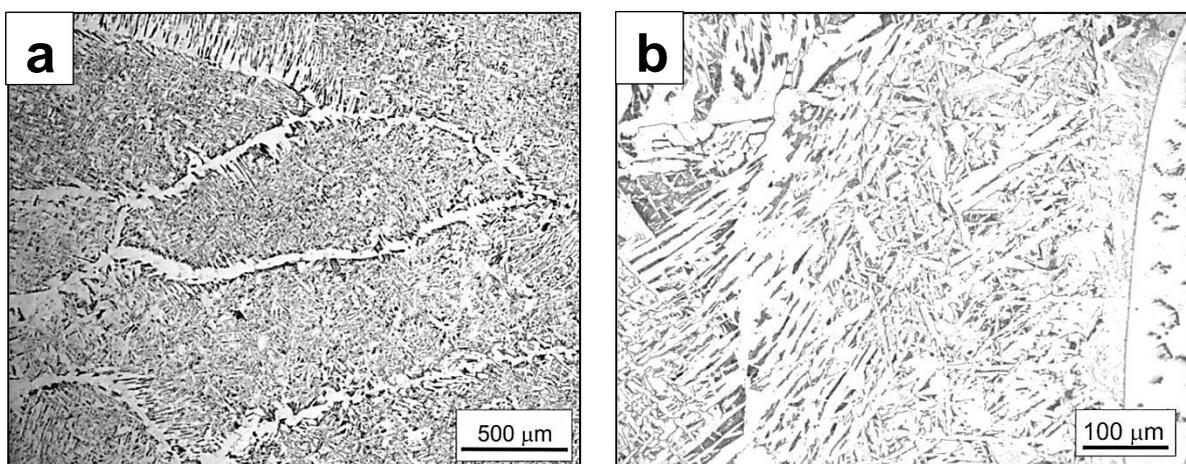


Figura 45. MO mostrando contornos de grãos austeníticos colunares (alongados) no interior do *backing steel*, decorados com ferrita de Widmanstätten (a). Imagem de maior magnificação da ferrita de Widmanstätten no antigo contorno de grão austenítico. Ataque: Nital 2%.

Ambas as estruturas colunares direcionadas (tanto no *backing steel*, como na *CRA*) eram esperadas pela direcionalidade da extração de calor na centrifugação, ocorrendo na direção radial, da superfície externa (em contato com o molde) para a superfície interna, especialmente na solidificação da *CRA*, onde jatos d'água para o resfriamento forçado do molde foram empregados (o *backing steel* foi solidificado apenas pelo ar em torno do molde em rotação).

Através da microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Figura 46) foi possível observar melhor as colônias perlíticas presentes entre os grãos alongados de ferrita no interior dos antigos grãos austeníticos alongados. Dois

tipos de colônias perlíticas foram identificadas: colônias perlíticas convencionais (com lamelas regulares e mais uniformes, designadas como P') e colônias perlíticas degeneradas (designadas com P''), que apresentam irregularidade na distribuição das lamelas de cementita, bem como na dimensão das lamelas. Este tipo de perlita é encontrado em aços microligados, presente juntamente com a perlita convencional.

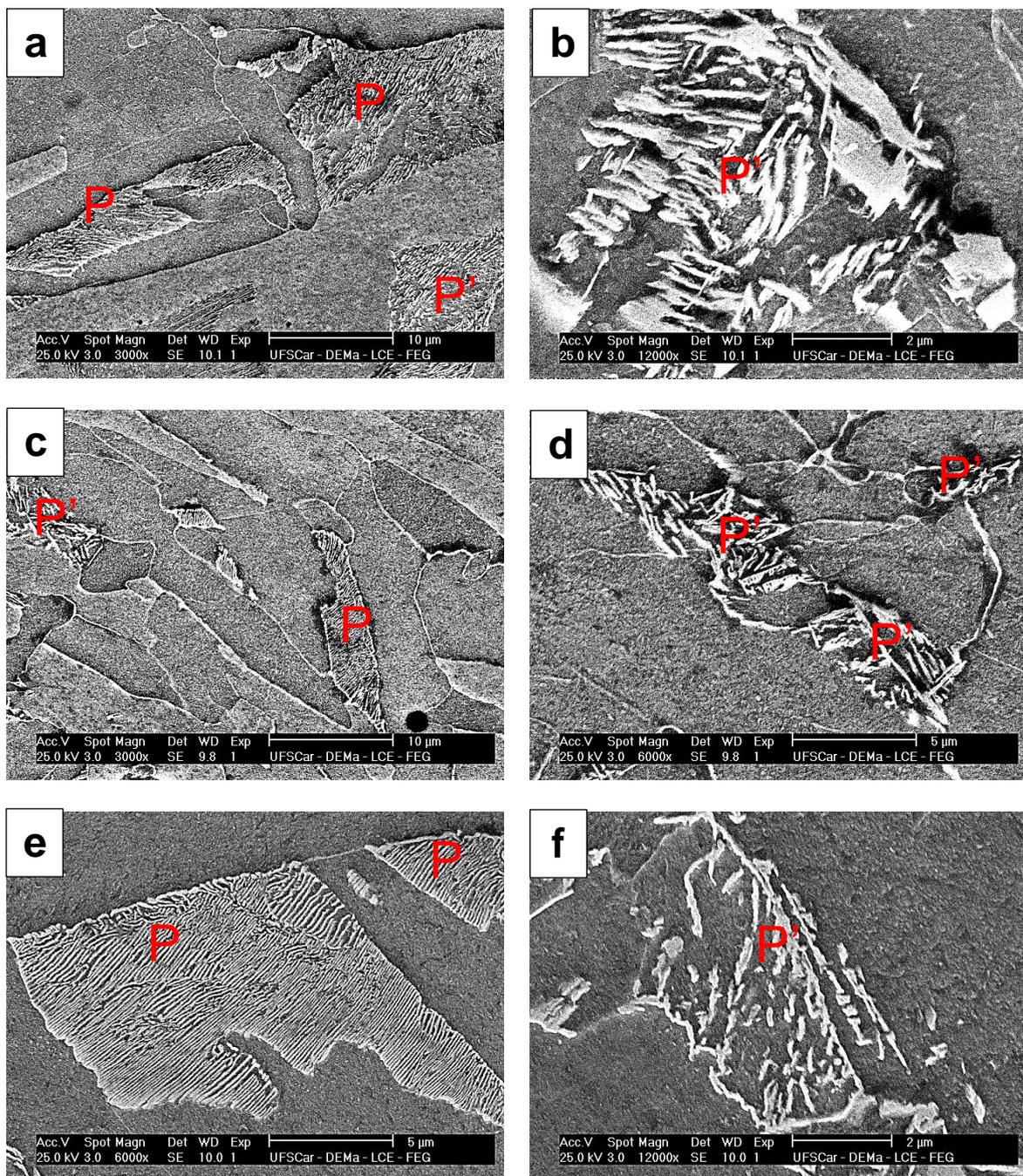
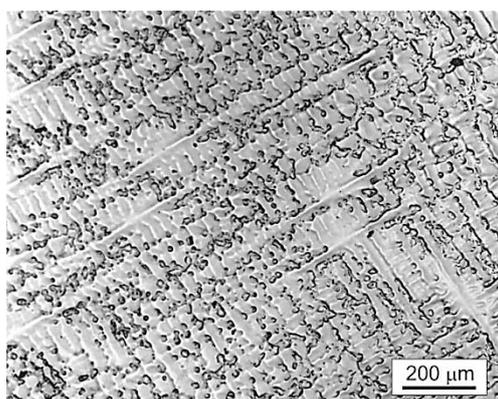
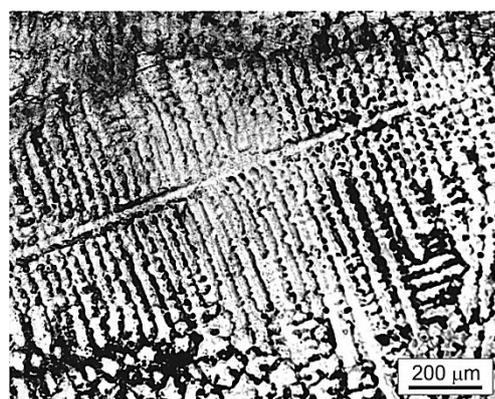


Figura 46. Imagens de MEV mostrando exemplos de perlita convencional (P) e perlita degenerada (P') no *backing steel* nas três regiões analisadas do tubo bimetalico (lado vazado: A e B; meio do tubo: C e D; lado oposto: E e F).

A microestrutura na observada na CRA foi bastante uniforme nas três regiões analisadas: dendritas da matriz austenítica do Ni (Figura 47), com os precipitados nos espaços interdendríticos (Figura 48). Foi possível observar que solidificação ocorreu também de forma direcional, com as dendritas orientadas na direção da interface com o *backing steel* para o diâmetro interno do tubo, uma com a ocorrência de precipitados nos espaçamentos interdendríticos a partir de cerca de 20 μm da interface. Os precipitados observados nos espaços interdendríticos se mostraram, mediante a análise por mapeamento de EDS (Figura 49), ricos em Nb, e empobrecidos nos outros elementos constituintes principais da liga.



Lado vazado



Meio do tubo



Lado oposto

Figura 47. Imagem de MO da microestrutura dendrítica da CRA nas três regiões analisadas do tubo. Ataque: Água régia.

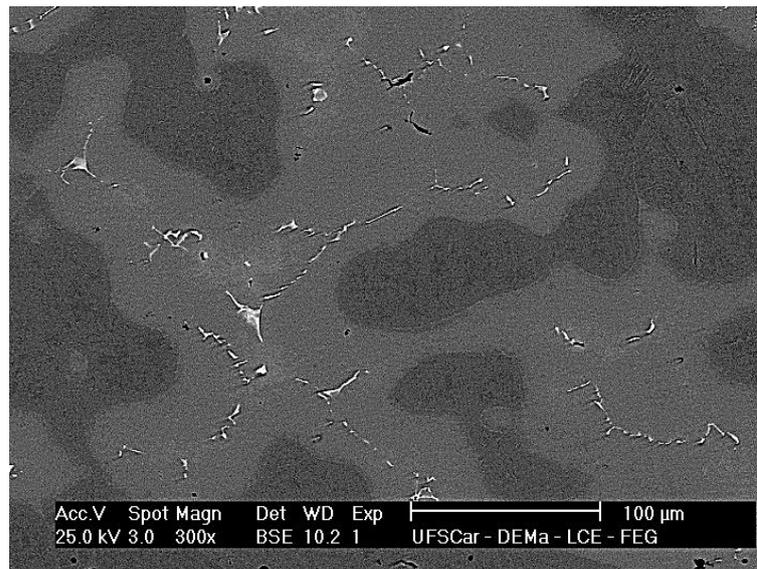


Figura 48. Imagem de MEV utilizando elétrons retroespalhados (BSE) revelando segregação química ao redor dos precipitados interdendríticos (amostra do lado oposto – sem ataque).

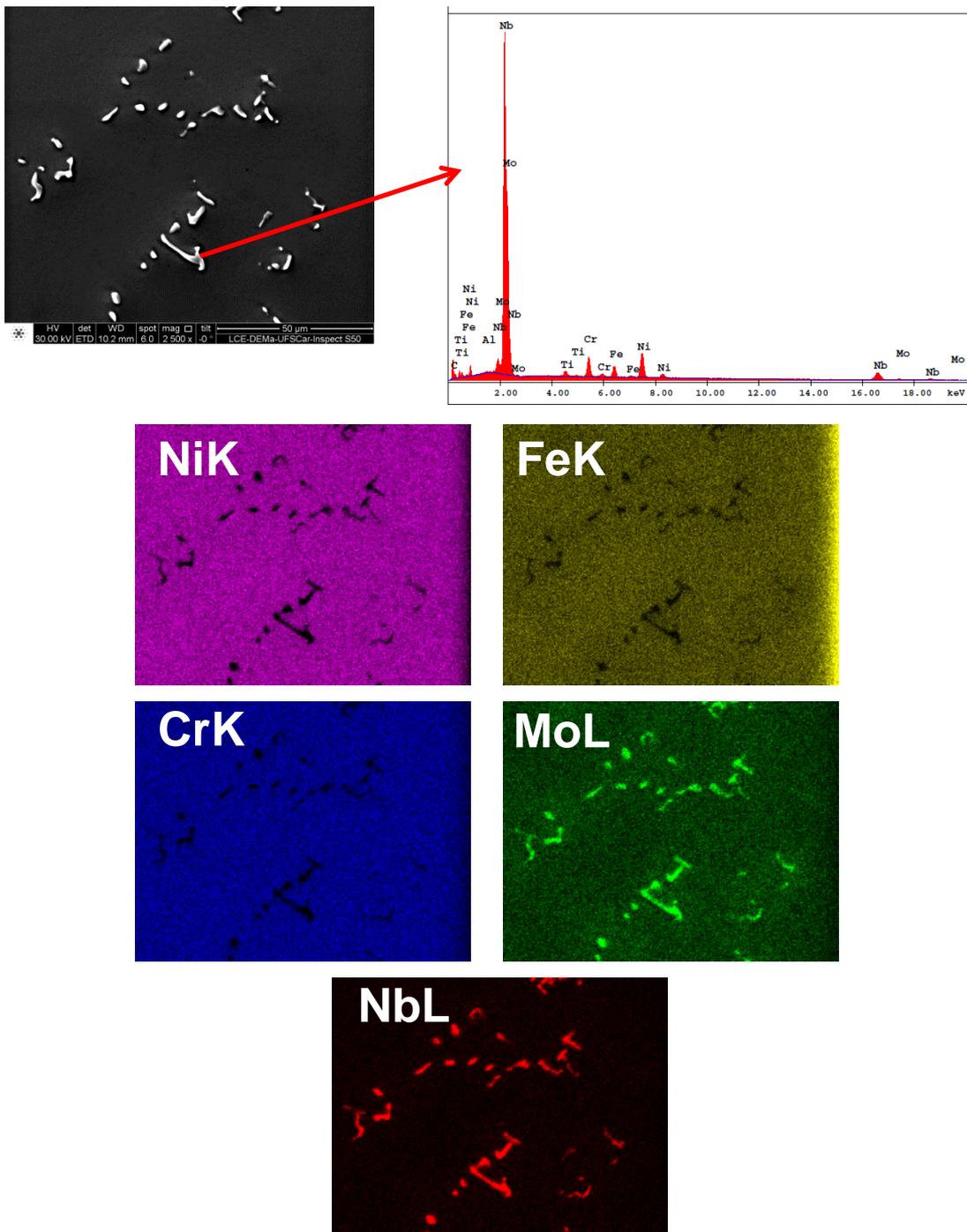


Figura 49. Mapeamento por EDS dos elementos constituintes principais da CRA nos precipitados interdendríticos na amostra do lado vazado do tubo bimetálico.

Estes resultados permitem inferir que estes precipitados são carbonetos de Nb (NbC), uma fase comum em ligas da série Inconel, e, em especial, na liga 625, que foi utilizada como *CRA* no tubo bimetálico estudado. A presença de Mo nos carbonetos, mais do que um elemento constituinte do carboneto em si, deve-se mais provavelmente a proximidade dos picos de energia NbL e MoL no espectro, que sobrepujaram-se no mapeamento por EDS. O NbC se forma preferencialmente nos espaços interdendríticos, onde durante o processo de solidificação ocorre a segregação de Nb para estes espaços. Estes são semelhantes aos observados por Silva et al. [48] e Rajani *et al.*[13] em soldas de Inconel 625, que ambos concluíram se tratarem carbonetos. Segundo Floreen et al. [49], durante a solidificação do Inconel 625, ocorre a rejeição de Mo e Nb para os espaçamentos interdendríticos, levando a precipitação de fase de Laves (Fe₂Mo e Fe₂Nb) e NbC. Ainda por Floreen et al. é apresentado que o aumento da concentração de Fe no Inconel 625 desloca o diagrama ternário na direção da formação da fase de Laves em detrimento da formação de NbC, uma vez que o Fe compõe ambos os tipos possíveis de fase de Laves presentes no Inconel 625.

Entretanto, da mesma forma que o material do *backing steel* é erodido pela *CRA*, e esta incorpora esta porção erodida em sua composição, não somente o teor de Fe aumenta, mas também o teor de C, que leva a um aumento na fração de carbonetos na *CRA*, como também apresentado no diagrama de Floreen *et al.*[49]. A quantidade elevada de NbC na *CRA*, quando comparada a quantidade apresentada na microestrutura de Inconel 625 apresentada na Figura 1, por Rajani et al. [13] é consideravelmente maior devido possivelmente ao maior teor de C final na *CRA* do tubo bimetálico. A ausência de Fe (que é um dos componentes da fase de Laves) nos precipitados fortemente sugere que estes são de fato carbonetos.

As análises de difração de raios-X foram realizadas na superfície externa (*backing steel*, Figura 50) e interna (*CRA*, Figura 51) de uma amostra do meio do tubo. O difratograma do *backing steel* apresentou picos de ferrita e cementita (Fe₃C), componente da perlita, e também picos referentes ao NbC,

possivelmente presente, uma vez que o aço API 5L X65Q é um aço microligado e o Nb é um dos principais elementos de microadição.

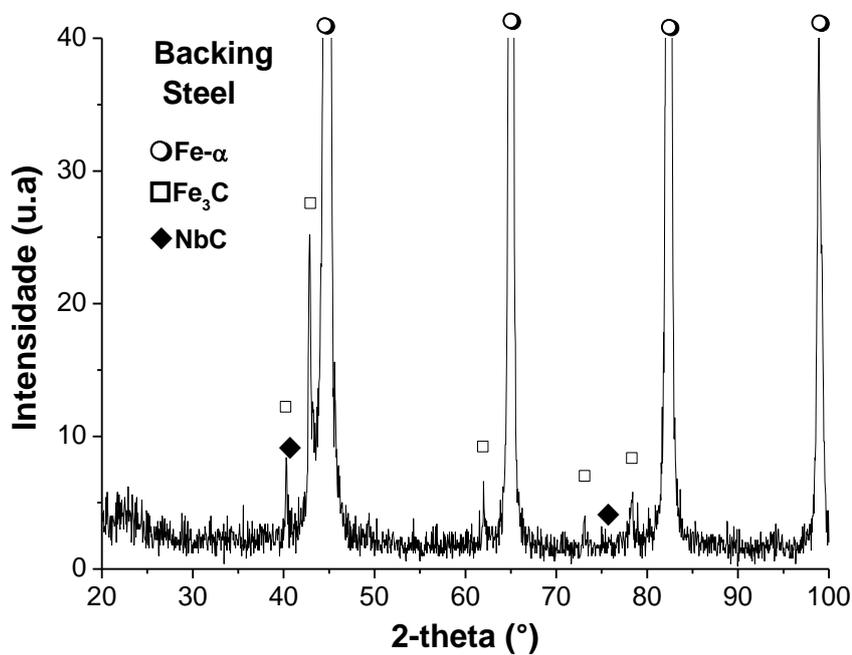


Figura 50. DRX da superfície externa (*backing steel*) de uma amostra do meio do tubo bimetalico bruto.

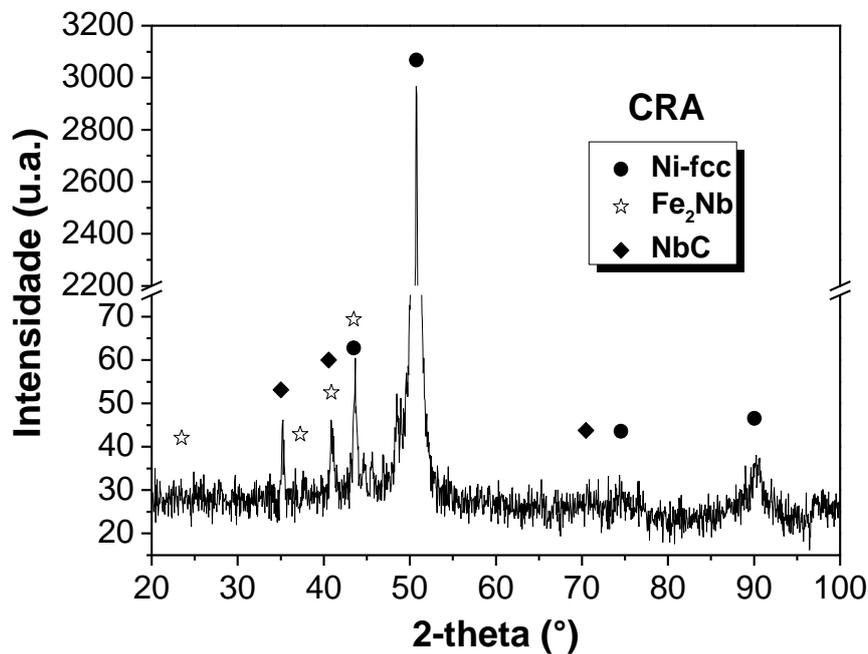


Figura 51. DRX da superfície interna (*CRA*) de uma amostra do meio do tubo bimetalúico bruto.

O difratograma da *CRA* apresentou picos da austenita do Ni, presente na matriz dendrútica e picos de NbC e fase de Laves Fe_2Nb , sendo que os picos de NbC se apresentaram mais intensos que os picos da fase de Laves.

As análises semiquantitativas por EDS (Tabela 11) das composiúões dos nos precipitados nas três regiúes analisadas do tubo se mostraram bastante similares: alto teor de Nb, não associados com altas concentraúões de Fe (como seria esperado para a fase de Laves Fe_2Nb), ou Ni (como no caso da fase $\delta\text{-Ni}_3\text{Nb}$), ou mesmo Mo, comprovando que estes precipitados são de fato NbC. Em alguns casos também esta presente o Ti associado formando o carboneto complexo $(\text{Nb,Ti})\text{C}$. O Ti está presente na liga em pequena quantidade, mas dado a grande afinidade ao C e ao Nb, este também segrega para os espaúos interdendrúticos, e entrando na composiúão de carbonetos. Mas como a quantidade de Ti é muito pequena se comparada ao Nb, o NbC prevalece em relaúão ao carboneto complexo de Nb e Ti.

Tabela 11. Composição de elementos (% at.) medidas por EDS de precipitados interdendríticos, nas três regiões analisadas do tubo bimetálico bruto.

Amostra	Medida	TiK	CrK	FeK	NiK	NbL	MoL
Lado vazado	1	1,9	4,4	2,5	4,8	86,3	ND
	2	35,7	3,4	0,9	1,7	58,3	ND
	3	ND	9,3	6,0	12,1	72,5	ND
Meio do tubo	4	1,2	11,8	11,1	24,7	48,1	3,0
	5	2,4	4,8	4,1	8,2	78,6	1,8
	6	33,9	3,8	1,6	3,2	57,6	ND
Lado oposto	7	39,7	4,5	1,7	4,7	49,2	ND
	8	ND	11,5	7,4	24,2	53,2	3,7
	9	ND	3,4	2,1	7,1	86,0	1,5

*ND = Não detectado

Ao que tudo indica, não parece haver distinção nos carbonetos nestas três regiões analisadas do tubo. Isto deve-se a centrifugação, que promove uma movimentação mais que suficiente para promover homogeneização da composição do líquido em toda a extensão do tubo e do resfriamento forçado por jato d'água, que permite uma solidificação relativamente rápida da *CRA* sobre o *backing steel* já solidificado. Assim as fases presentes ao longo do tubo se apresentam uniformes. Isto é corroborado pela medida do espaçamento dos braços dendríticos secundários realizada (Figura 52) em imagens de MO (explificadas na Figura 47), que revelara espaçamentos muito próximos nas três regiões analisadas. Uma vez que a taxa de resfriamento é determinante para a dimensão apresentada pelos braços dendríticos, as medidas do espaçamento comprovam que a taxa de resfriamento foi uniforme ao longo do tubo bimetálico na *CRA*.

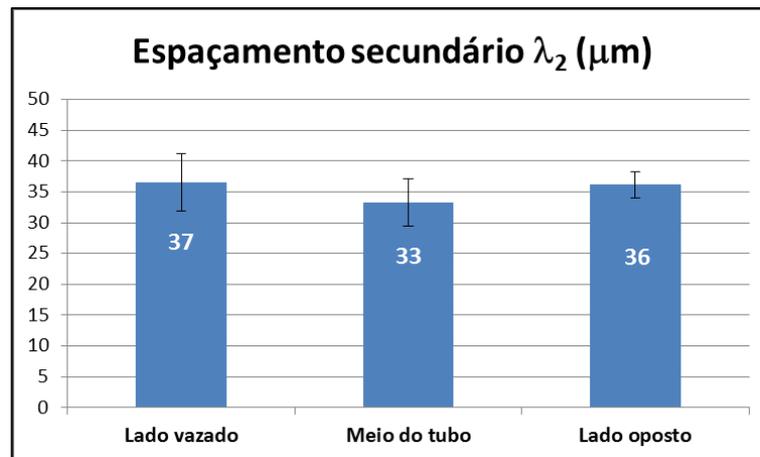


Figura 52. Espaçamento dendrítico secundário médio da *CRA* das três regiões analisadas do tubo bimetálico.

As dimensões próximas dos espaçamentos dendríticos secundários, refletem nas propriedades da *CRA*, como pode ser observado na Figura 53, com valores médios de dureza muito próximos entre as três regiões: lado vazado 169 ± 6 HV, meio do tubo 160 ± 4 HV e lado oposto 162 ± 7 HV. Já o *backing steel* apresentou valores uniformes no meio do tubo (185 ± 6 HV) e no lado vazado (185 ± 9 HV), porém valor mais baixo de dureza no lado vazado (167 ± 6 HV). A dureza um pouco mais baixa no lado vazado deve-se a maior temperatura nesta região do tubo. Como o *backing steel* apresentou menor taxa de resfriamento que a *CRA* (já que apenas após esta última ter sido vazada o resfriamento por jatos d'água foi iniciado), a uniformidade do *backing steel* ao longo do tubo foi menor, uma vez que ao preencher o comprimento do molde, o aço líquido perde temperatura, sendo mais quente no lado vazado, local de entrada do líquido no molde.

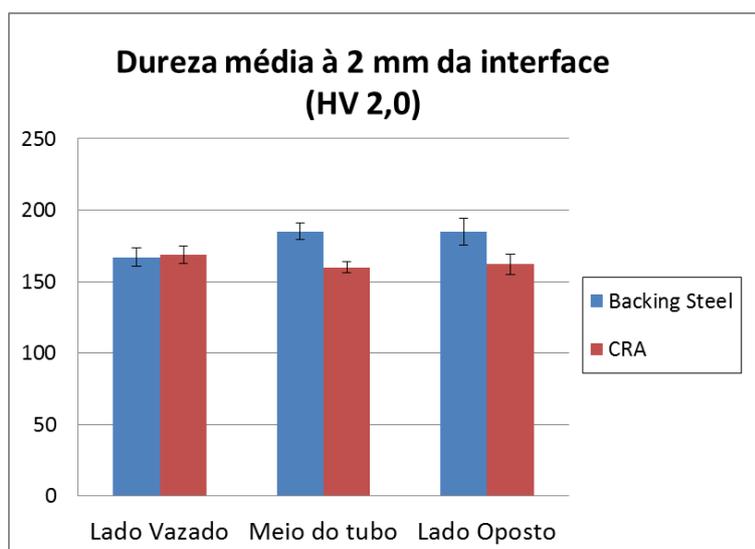


Figura 53. Durezas médias medidas nos materiais constituintes do tubo bimetalico bruto, nas três regiões medidas, à 2 mm da interface. Carga utilizada de 2,0 Kgf.

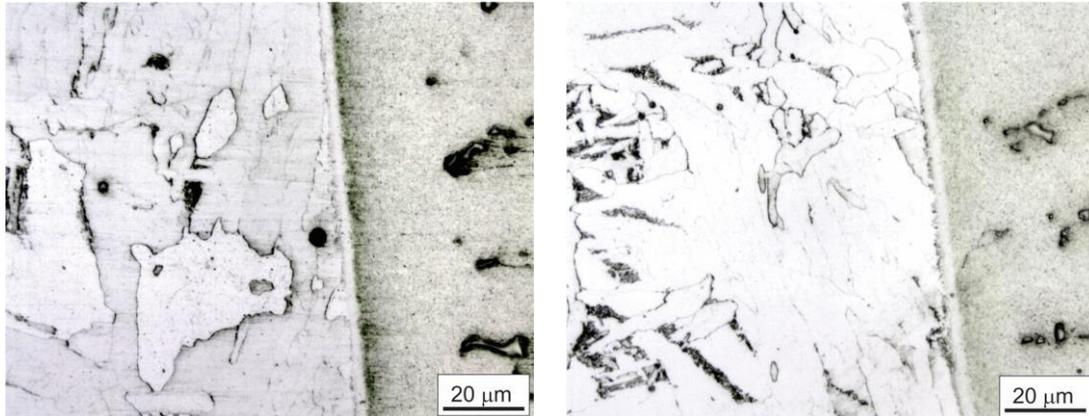
5.2 Caracterização da interface do tubo bimetalico bruto

5.2.1 Microscopia ótica

A interface do tubo do bimetalico nas três regiões analisadas do tubo bimetalico são apresentadas nas imagens de MO (Figura 54). As amostras do lado vazado mostram uma interface com um aspecto ondulado, resultante da movimentação da *CRA* líquida que promove a erosão da região do *backing steel* em contato com ela. Pelas imagens de MO (Figura 54) das interfaces das regiões analisadas observou-se que na região do *backing steel* adjacente à interface não apresenta perlita ou outro carboneto visível. Esta interface ondulada se apresenta continua nestas amostras, não sendo observada nenhuma falha, descontinuidade ou segregação presente nelas, como foi observado no ensaio de líquido penetrante, que também não revelou nenhuma descontinuidade.

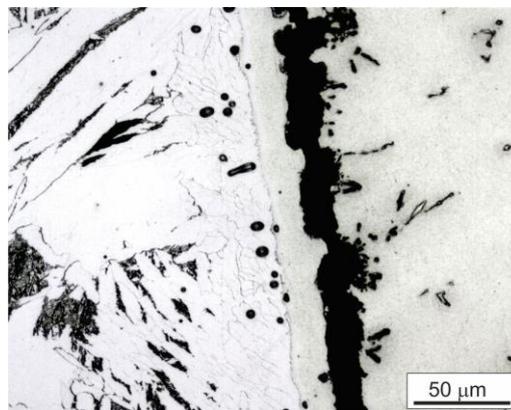
Na amostra do lado oposto também apresentou aspecto ondulado na interface, porém mais irregular que nas outras regiões, e no lado da *CRA*

observou-se uma descontinuidade paralela à interface, à cerca de 20 μm da interface com o *backing steel* bem como linhas de segregações conectadas à fratura. Observou-se também a existências de reentrâncias (Figura 55) do que parece ser material da *CRA* no lado do *backing steel*.



Lado Vazado

Meio do tubo



Lado oposto

Figura 54. Imagem de MO da região empobrecida de carbonetos no *backing steel* adjacente à interface, nas três regiões analisadas do tubo bimetálico bruto.

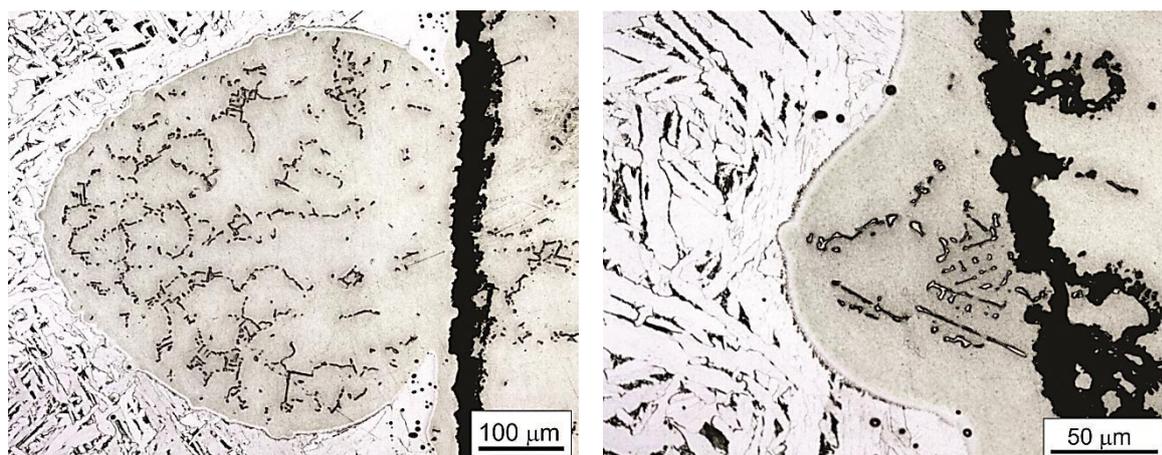


Figura 55. Imagens de MO das reentrâncias no *backing steel*, próximas à interface (esquerda) e segregações próximas as descontinuidade paralela à interface (direita), na amostra do lado oposto ao vazamento.

5.2.2 Microdureza

Os perfis de microdureza médios ao longo da espessura do tubo, nas três posições avaliadas (Figura 56), mostraram uma variação considerável ao longo da espessura das diferentes posições no tubo. Esta variação deveu-se a variação da microestrutura ao longo da espessura, com as regiões no *backing steel*, com ferrita mais fina e perlita no interior dos grãos austeníticos anteriores, (sendo mais duras especialmente onde as colônias de perlita eram maiores), e mais baixa nos contornos dos antigos grãos colunares austeníticos, onde a ferrita proeutetóide (Widmanstätten) se apresentam com maiores dimensões. Na região da *CRA* verificou-se também uma variação considerável na dureza ao longo da espessura devido às variações na microestrutura, sendo menos duro nas regiões do seio das dendritas e mais duras nas regiões interdendríticas, especialmente onde havia maior concentração de precipitados. Os pontos mais próximos da interface em todas as posições se mostraram as regiões menos duras, na, em todas as posições do tubo avaliadas. As regiões do aço adjacentes à interface com a *CRA*, destacadas ainda na Figura 54, apresentaram microestruturas nitidamente diferentes do restante da espessura:

nestas regiões observa-se apenas ferrita poligonal com ausência de perlita. Esta região empobrecida de carbonetos é relativamente pequena, com cerca de 50 μm de espessura, e deve-se a difusão do carbono do aço, de maior teor, para a CRA, de menor teor de carbono, causando este empobrecimento próximo a interface.

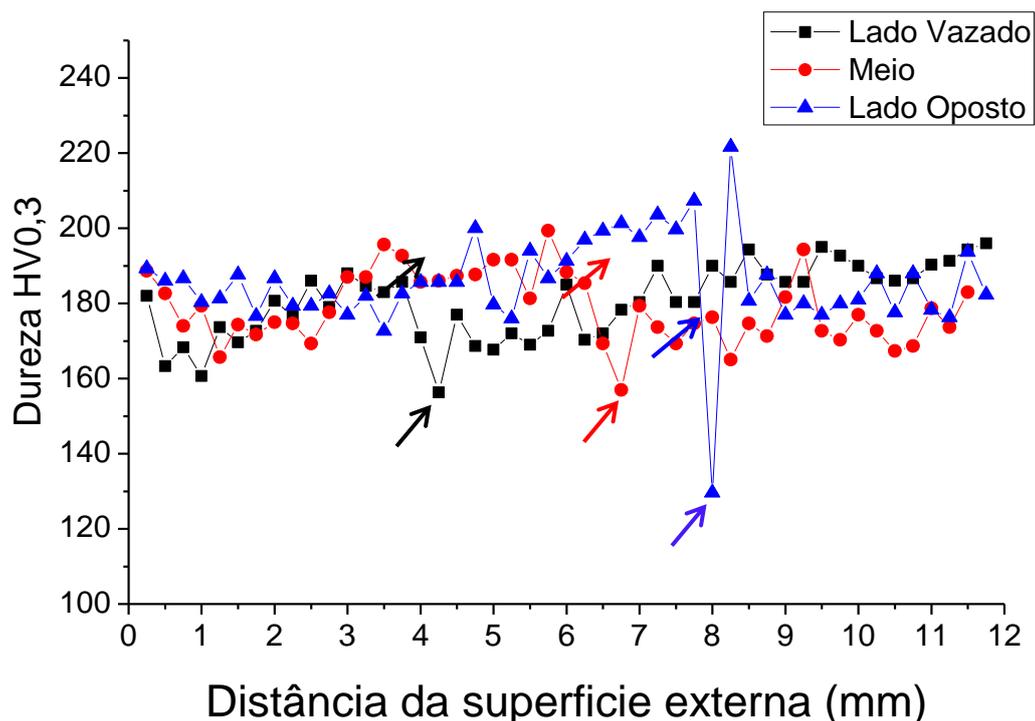


Figura 56. Perfil de microdureza (carga de 300gf) ao longo da espessura do tubo bimetalico bruto nas três diferentes regiões analisadas. Em destaque os pontos medidos no aço mais próximos da interface com a CRA.

Sponseller et al. [31] obteve resultado similar na co-extrusão à quente de tubos de aço T11 e aço inoxidável 310, assim como Missori et al. [47] na co-laminação à quente de aço A515 grau 6 e aço inoxidável AISI 304 L, observaram as mesmas características nas interfaces do *backing steel* analisados por eles. Estes autores consideram a causa destas menores durezas próximas à interface devidas a descarbonetação da região do *backing steel* adjacente à interface. A elevada temperatura em que os materiais foram expostos durante o processo de

cladeamento utilizado por eles, favoreceu, a difusão de carbono do *backing steel* (com teor de carbono mais elevado) para a *CRA* (que possui teor de carbono mais baixo). O menor teor de carbono na ferrita, bem como a ausência de carbonetos levam a diminuição local da dureza nesta região, quando comparada à outras regiões do *backing steel*, mais afastadas da interface. Uma vez que o vazamento da *CRA* sobre o *backing steel* no processo de centrifugação se deu também à altas temperaturas, ocorreu também no tubo bimetálico analisado a difusão do carbono do *backing steel* para a *CRA*, ocasionando na diminuição da dureza do *backing steel* adjacente à interface.

A menor dureza apresentada foi na amostra do lado oposto ao vazamento onde ocorreu a descontinuidade na interface. Entretanto, nesta mesma amostra a dureza da *CRA* na região adjacente na interface foi a maior que nas outras amostras, que apresentaram durezas próximas. Esta região da amostra do lado oposto ao vazamento é justamente onde foram observadas linhas de segregação, que aumentaram a dureza média da liga nesta região.

Um perfil de microdureza mais refinado, realizado com carga de 50 gf, à 100 μm da interface, e passando por esta (compreendendo a região descarbonetada) é apresentado na Figura 57. Ambos os materiais constituintes do tubo bimetálico, nas três regiões selecionadas do tubo bruto, foram analisadas. Verificou-se que no *backing steel* próximo à interface, nas amostras do lado vazado e no meio do tubo, apresentaram durezas próximas (em torno de 150 HV), ao passar pela interface a dureza aumenta (atingindo um valores próximos à 250 HV). Após passar pela interface e adentrarmos na região da *CRA* a dureza de ambas as amostras estabiliza em torno de 200 HV. Na amostra do lado oposto ao vazamento, um comportamento distinto é observado: ao se aproximar da interface a dureza que inicialmente se mantinha na faixa das outras amostras cai consideravelmente, mas nas proximidades da interface aumenta e atinge na interface o mesmo valor das outras amostras.

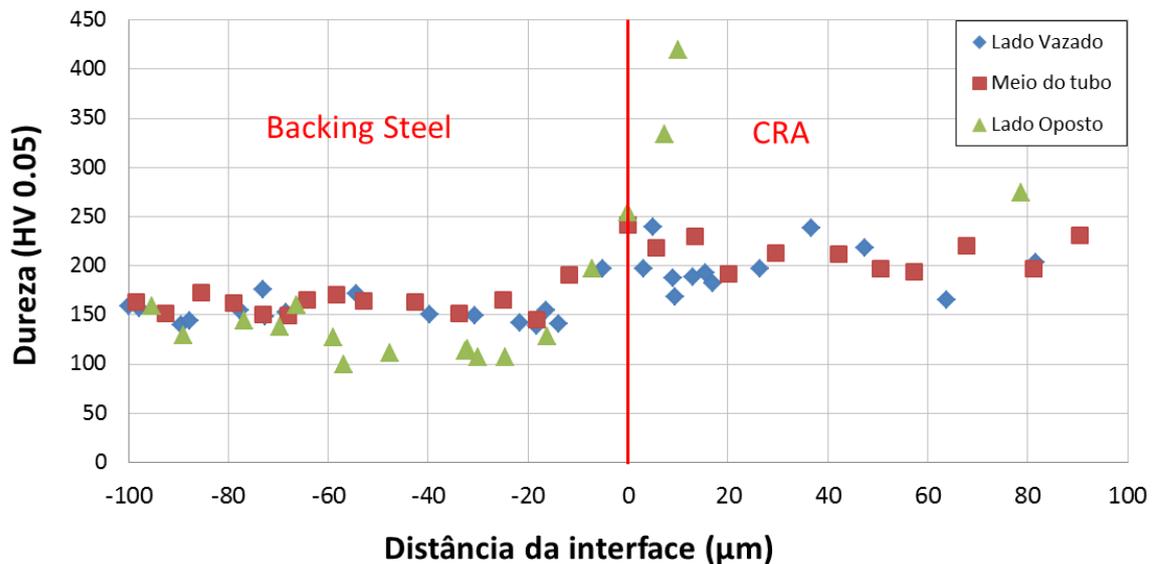


Figura 57. Perfil de microdureza de 100 μm até a interface, passando por ambos os materiais constituintes, nas amostras das três regiões analisadas do tubo.

Ao longo da *CRA* na amostra do lado oposto ao vazamento, a dureza aumenta bastante, nas proximidades das linhas de segregação observadas. A região entre aproximadamente 20 e 80 μm da interface sem pontos de dureza mensurados é onde exatamente se localizava a descontinuidade paralela à interface e também as linhas de segregação, onde não era possível ler a medida da indentação.

5.2.3 Microscopia eletrônica de Varredura

As análises de MEV da interface (Figura 58) nas amostras se mostraram bastante distintas entre a amostra do lado oposto e as amostras do meio do tubo e do lado vazado. As amostras do lado vazado e do meio do tubo apresentaram uma continuidade na união entre os *backing steel* e a *CRA*, como pode ser observado nas imagens das amostras do lado vazado e do meio do tubo. Pode ser verificar também a ausência de carbonetos (no caso, colônias de perlita) na

região do *backing steel* adjacentes à interface. Observa-se que a amostra do lado oposto ao vazamento apresenta uma região descarbonetada (ausente de perlita) mais extensa que nas outras amostras.

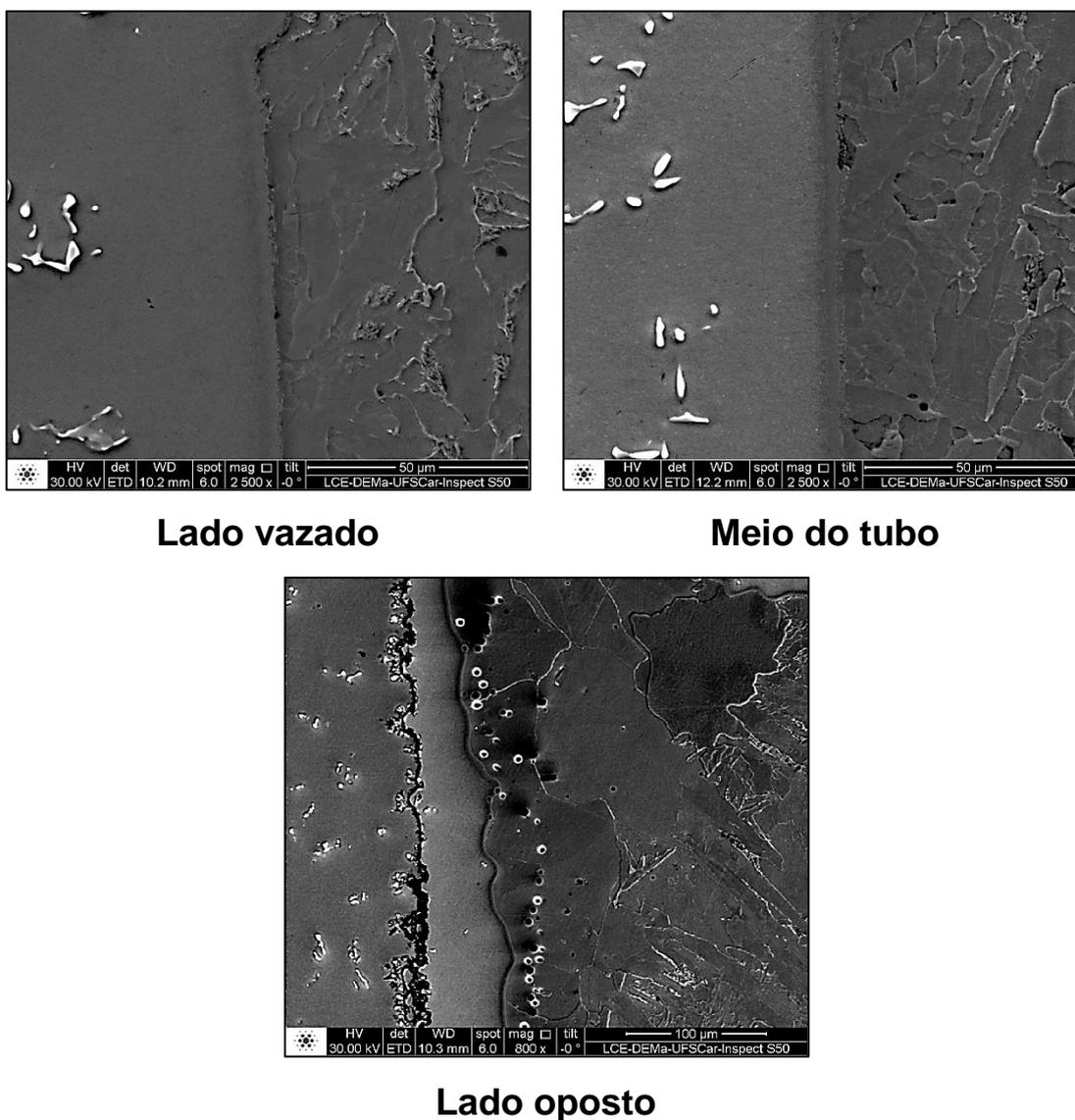


Figura 58. Imagens de MEV das interfaces entre os materiais constituintes do tubo bimetalico nas três regiões analisadas.

Esta região descarbonetada mais extensa encontrada na amostra do lado oposto ao vazamento relaciona-se com a menor dureza apresentada na região

adjacente interface verificada nos perfis de microdureza (apresentados anteriormente nas Figura 56 e Figura 57), quando comparadas aos valores obtidos para as amostras do lado vazado e do meio do tubo (que foram uniformes entre si).

Através de análises em linha por EDS (*linescan*) pode-se traçar o perfil de composição relativa dos principais elementos de liga (Fe, Cr Ni e Mo) na região próxima à interface nas três posições do tubo (Figura 59). Nas amostras do lado vazado e do meio do tubo verificou-se que a camada de interdifusão é bastante estreita, com cerca de 10 μm de espessura, porém com os perfis dos elementos apresentando variações na distribuição, em especial o Fe. A forma dos perfis de composição relativa é típica de camadas de difusão nestas amostras. Esta ligação envolvendo difusão entre elementos dos dois materiais constituintes é característica do cladeamento, assim, a ligação entre os dois materiais constituintes é de fato de natureza metalúrgica, e não mecânica com no caso dos tubos tipo *lined*.

Ainda nos perfis do lado vazado e do meio do tubo (Figura 59), pode-se ver pela altura relativa dos elementos Cr e Ni na interface (distância zero) em relação com o Fe. É possível verificar que o teor dos primeiros é maior no lado vazado que no meio do tubo, indicando uma difusão mais intensa no lado vazado que no meio do tubo. Isto concorda com a premissa de que a distribuição de temperaturas ao longo do tubo durante a solidificação foi desigual, sendo mais quente na posição do vazamento e diminuindo-se ao longo do comprimento, sendo mais frio então no lado oposto. Pelos perfis de concentração pode-se verificar também que a descontinuidade não ocorreu de fato na interface, mas em uma região adjacente a esta na região da CRA, à cerca de 20-25 μm da interface. Os perfis de composição obtidos na amostra do lado oposto não apresentam as formas típicas das outras amostras (que indicavam a interdifusão mútua de elementos dos materiais constituintes), indicando que o cladeamento não ocorre de forma satisfatória. Outra diferença importante do perfil de composição da amostra do lado oposto é o pico de Cr nas bordas da descontinuidade.

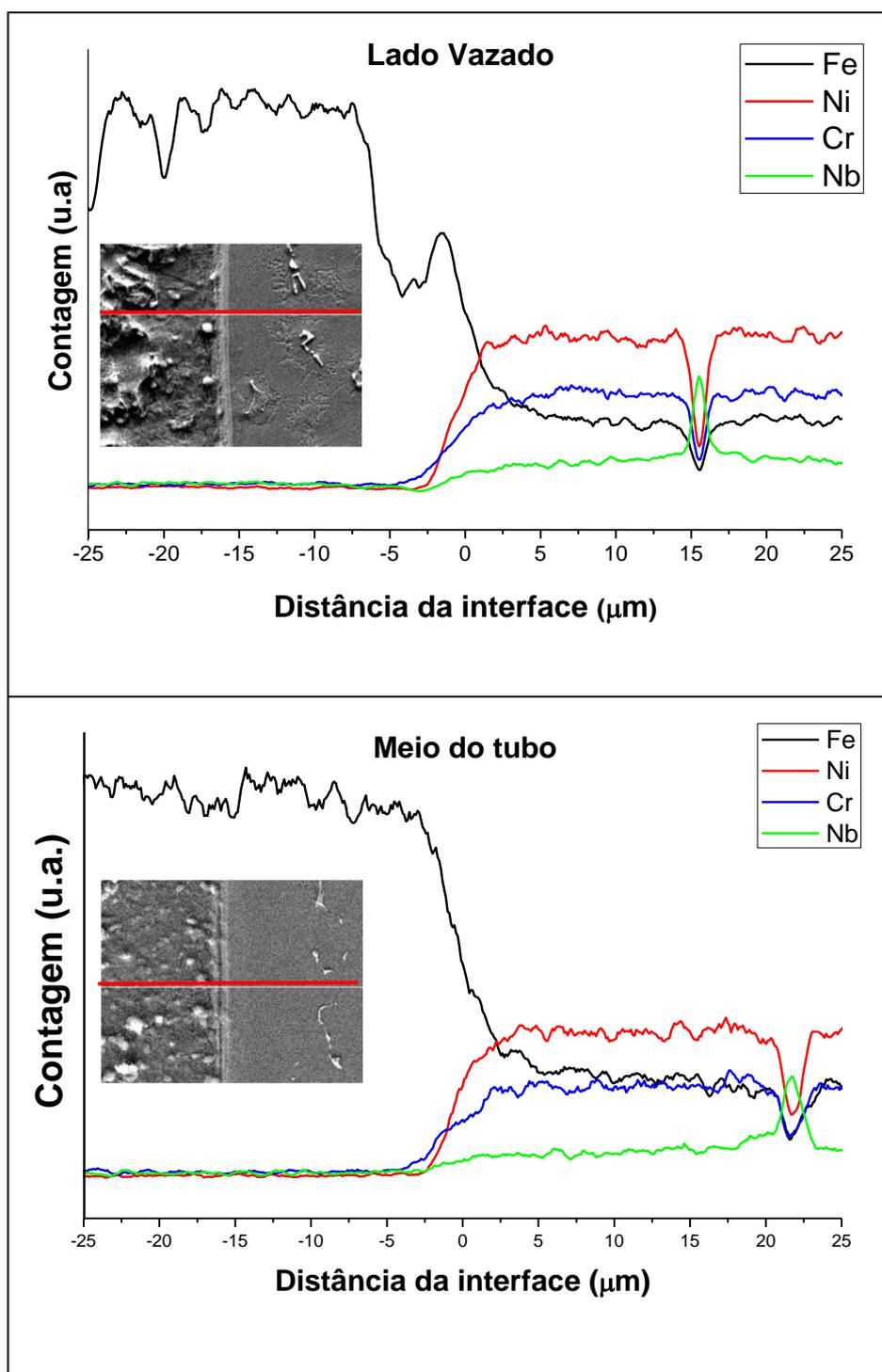


Figura 59. Perfis de concentração relativa (*“linescan”*) dos elementos principais próximos à interface, determinados por EDS em MEV. A largura da imagem de MEV = 56 μm.

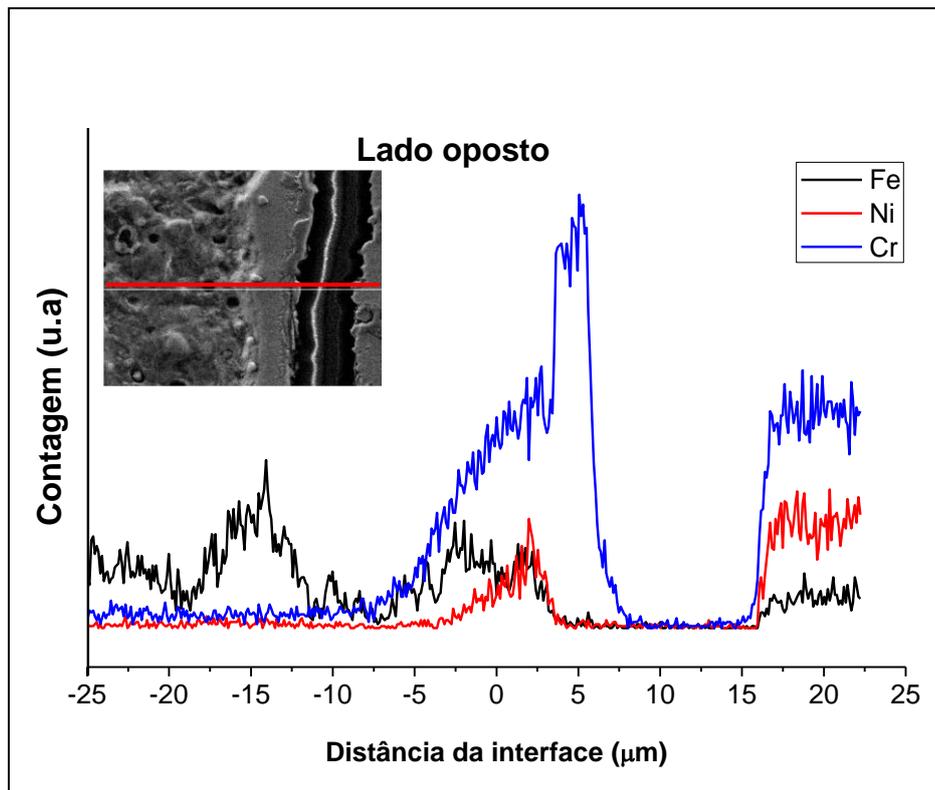


Figura 59 (continuação). Perfis de concentração relativa (“linescan”) dos elementos principais próximos à interface, determinados por EDS em MEV. A largura da imagem de MEV = 56 μm .

As imagens de MEV da interface do lado oposto ao vazamento (Figura 60) mostram regiões com reentrâncias preenchidas no *backing steel*, semelhantes às mostradas previamente nas imagens de MO da Figura 55. Utilizando o mapeamento elemental por EDS (Figura 61) pode-se determinar que o material que preencher estas regiões é de fato a CRA.

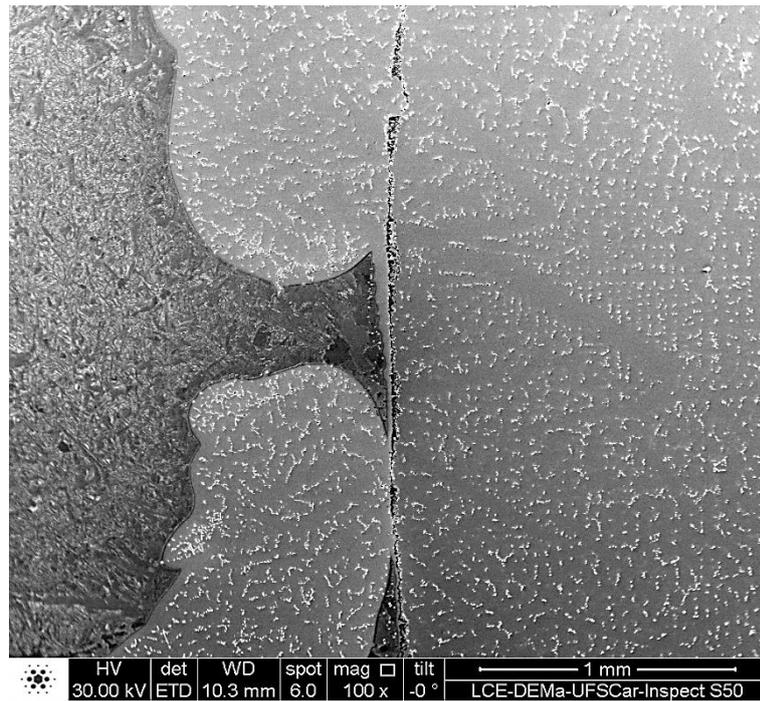


Figura 60. Imagem de MEV mostrando reentrâncias preenchidas na interface do tubo bimetalúco bruto, amostra do lado oposto ao vazamento. Ataque: Nital 2%.

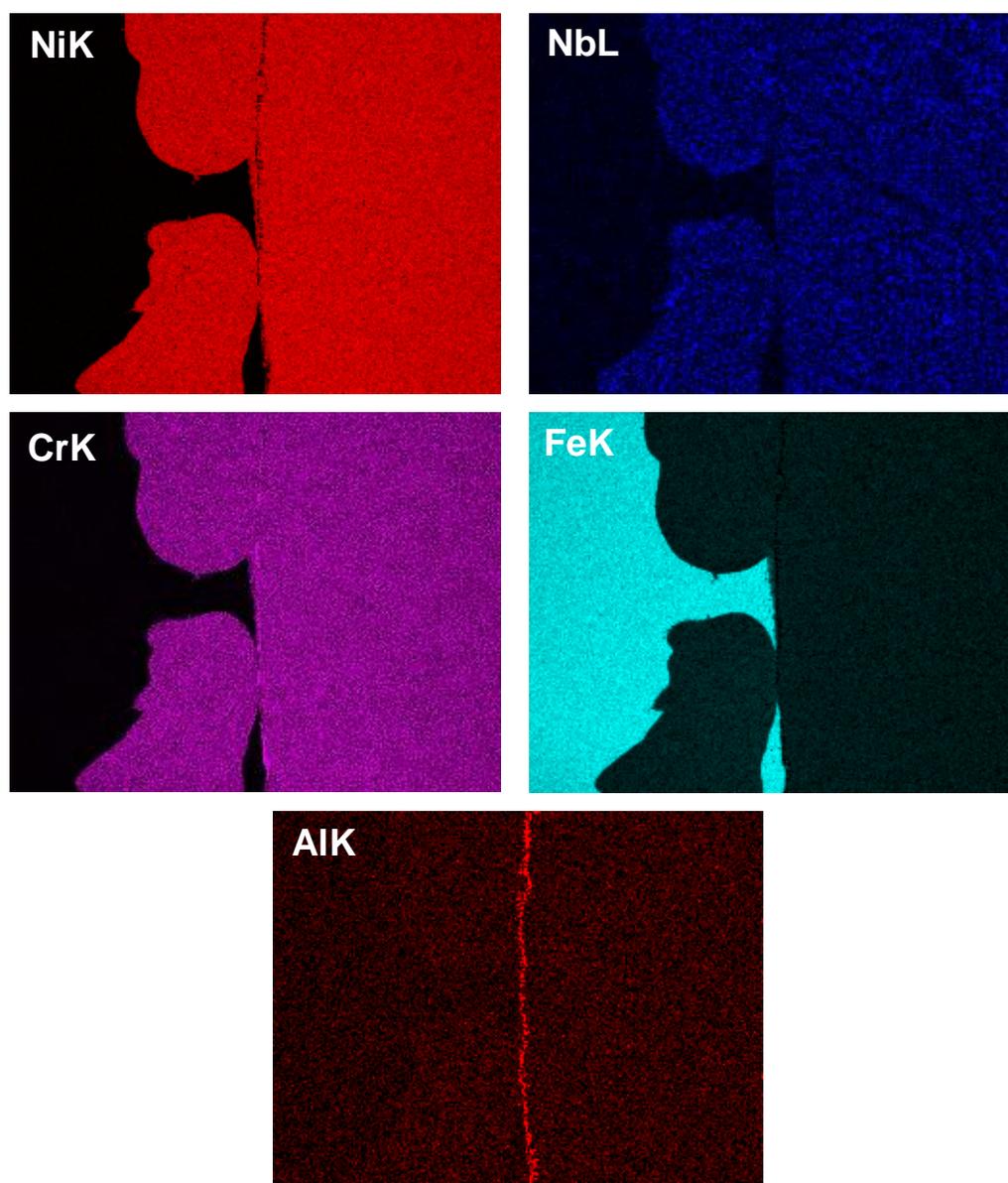


Figura 61. Mapeamento elemental por de EDS da região apresentada na Figura 60.

Estas reentrâncias são na verdade porosidades presentes na superfície do diâmetro interno do tubo de *backing steel*, que após o vazamento da *CRA* sobre o primeiro, foram preenchidas com material da *CRA*, que se solidificaram no interior destes poros.

As ilhas e linhas segregações na *CRA* próximas a interface na amostra do lado oposto ao vazamento são exemplificadas na imagem de MEV da Figura 62.

Os mapeamentos elementais por EDS (Figura 64 e Figura 65) mostraram uma alta concentração de elementos formadores de óxidos (Cr, Ti, Al e Si), bem como o próprio oxigênio, tanto na ilha de segregação (Figura 62), como na linha de segregação (Figura 63). No mapeamento elemental da Figura 61 observa-se também concentrações elevadas de Al ao longo de toda a fratura paralela à interface, bem como pequenas regiões com elevadas concentrações de Cr.

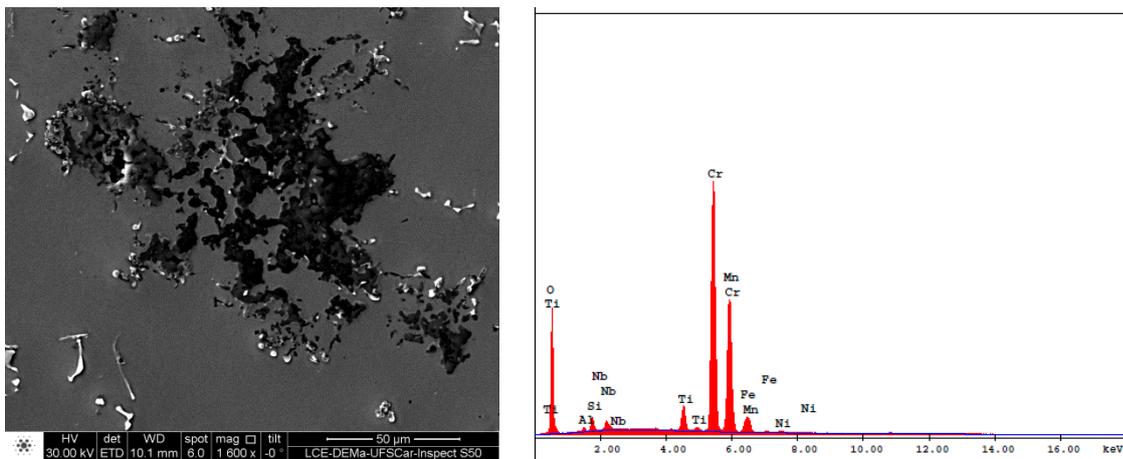


Figura 62. Imagem de MEV mostrando ilha de segregação na CRA, próxima à interface, amostra do lado oposto do tubo bimetálico (esquerda). Espectro de EDS dos elementos presentes na ilha de segregação (direita).

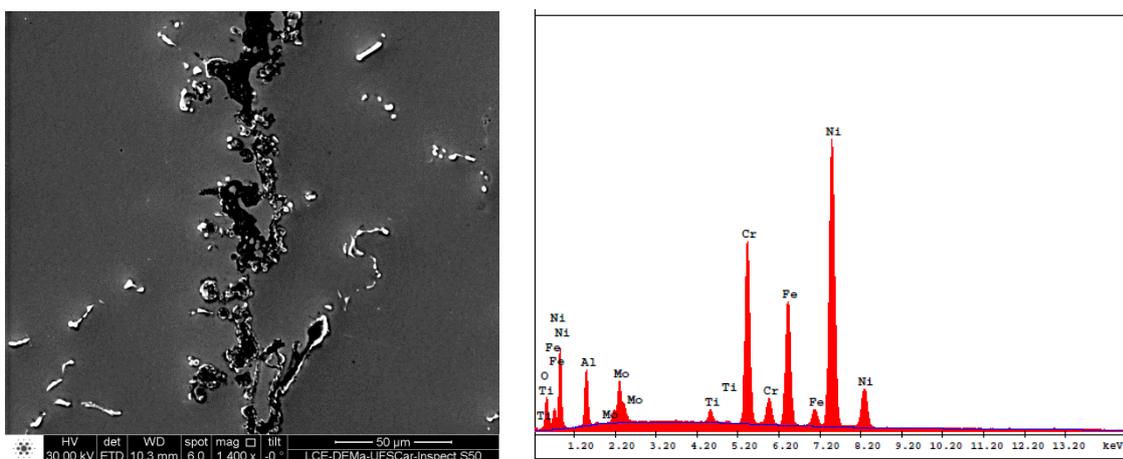


Figura 63. Imagem de MEV mostrando linhas de segregação na CRA próximas da interface, na amostra do lado oposto do tubo bimetálico (esquerda). Espectro de EDS dos elementos presentes na linha de segregação (direita).

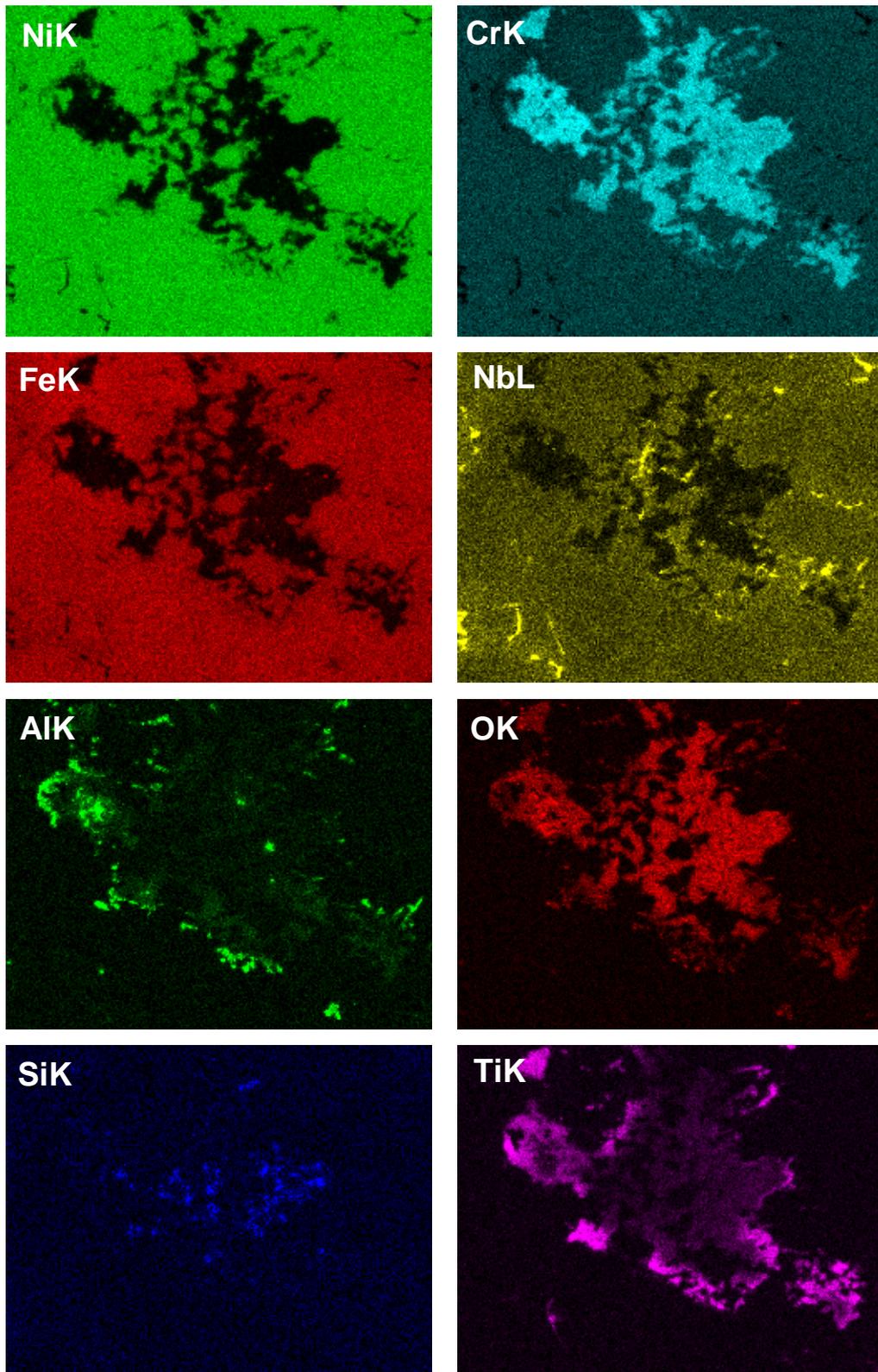


Figura 64. Mapeamento elemental por EDS da região apresentada na Figura 62.

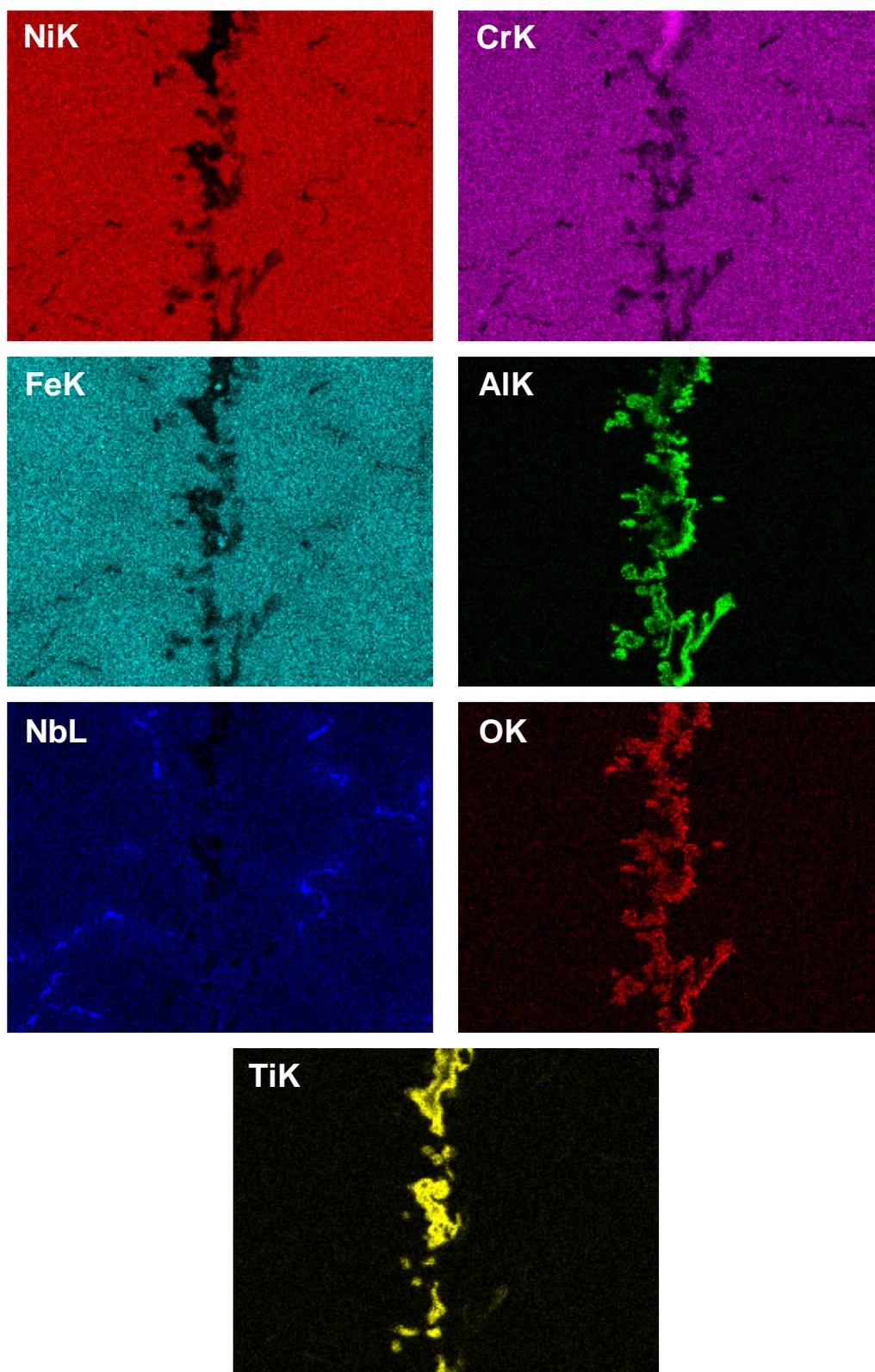


Figura 65. Mapeamento elemental por EDS da região apresentada na Figura 63.

Pode-se concluir então, que estas segregações são óxidos, e que a descontinuidade paralela à interface é também uma linha de óxido (que apresentou picos no teor de Cr também no perfil de composição por EDS da Figura 59), que durante o corte com disco abrasivo para a obtenção de amostra fragmentou-se, apresentando como uma fratura. Pelas características do processo de centrifugação, partículas de menor densidade como óxidos, outras inclusões não-metálicas e bolhas de gases tendem a se segregarem no diâmetro interno do tubo, pela ação da força centrífuga. Considerando que foram encontrados também poros preenchidos no *backing steel*, e que na região do lado oposto ao vazamento a espessura do *backing steel* se manteve muito próxima da projetada, não houve erosão suficiente da superfície do *backing steel* pela CRA líquida no momento do vazamento desta última para remover esta camada com maior concentração de defeitos do *backing steel*, diferente do que ocorreu nas outras amostras, devido provavelmente à menor temperatura do *backing steel* no lado oposto ao vazamento, bem como também pela perda de temperatura da CRA líquida, ao preencher toda extensão do molde rotativo.

A maior espessura da camada descarbonetada na amostra do lado oposto também se deve a menor erosão provocada pela CRA nesta região. A camada do *backing steel* que ficou exposta ao ar antes do vazamento da CRA sofreu descarbonetação ao ar, devido à alta temperatura. Esta região nas outras amostras foi erodida, e a camada descarbonetada menor nestas regiões deveu-se meramente à difusão do carbono da região adjacente para a CRA.

5.2.4 Análise combinada de difração de elétrons retro-espalhados (EBSD) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS)

A análise de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) para a amostra do meio do tubo é apresentada na Figura 66. A sequência apresentada mostra mapas obtidos por EBSD e EDS e suas sobreposições com o mapa IQ (*image quality* – que representa a resolução da análise) para a amostra do meio do tubo, que apresentou um perfil de composições mais uniforme ao longo da interface.

Os mapas de EDS foram tratados por uma ferramenta do software de análise, que faz a média da intensidade do EDS medida sobre cada grão (delimitado pelo EBSD). Esse valor médio define a tonalidade do grão. Como os grãos da interface são menores que 1 μm , as tonalidades podem sofrer alterações dos vizinhos, uma vez que esta dimensão é a resolução típica da técnica de EBSD. Com estas sobreposições a visualização das diferentes fases e suas respectivas granulações fica mais evidenciada. A partir do mapa dos grãos observou-se que a interface entre as ligas é predominantemente formada por grãos sub-micrométricos, visto que toda a interface mede aproximadamente 3 μm . Este tamanho de grão reduzido pode ter origem na rápida troca de calor entre as ligas e, bem como a alta desordem da orientação cristalina na região da interface. Através dos mapas de EDS observa-se claramente a interdifusão de elementos constituintes das duas ligas entre si, bem como os grãos finos de ferrita contendo maiores teores de Ni e Cr.

Combinando estas informações, com as apresentadas no mapa de fase há um indicativo da formação de uma estrutura gama logo após o final da difusão entre as ligas. Devido à proximidade das estruturas do Ni-CFC ($a = 3,52 \text{ \AA}$) e do Fe- γ com estrutura CFC ($a = 3,60 \text{ \AA}$) não foi possível separá-las cristalograficamente somente por EBSD. Desta forma, o EDS foi fundamental nesta diferenciação entre o Ni-CFC e a austenita (Fe- γ). No entanto, foi possível observar pela técnica de EBSD que houve apenas uma variação do tipo de estrutura cristalina de Fe- α (CCC) para Fe- γ (CFC) na região do aço. Pelo EDS observa-se que as regiões, nas quais houve essa mudança estrutural, não apresentaram Ni em sua composição, que é um elemento austenitizante. Assim é mais provável que estes grãos não são austeníticos, sendo provavelmente um erro de interpretação do software de análise cristalográfica.

A orientação cristalográfica observada na CRA é mais uniforme que no *backing steel*, isto porque as dendritas crescem seguindo direções cristalográficas específicas, gerando esta uniformidade de orientação, diferente do *backing steel*, onde ocorre a solidificação inicialmente em ferrita-

δ , que durante o resfriamento se transforma em austenita (γ) e por fim em ferrita- α .

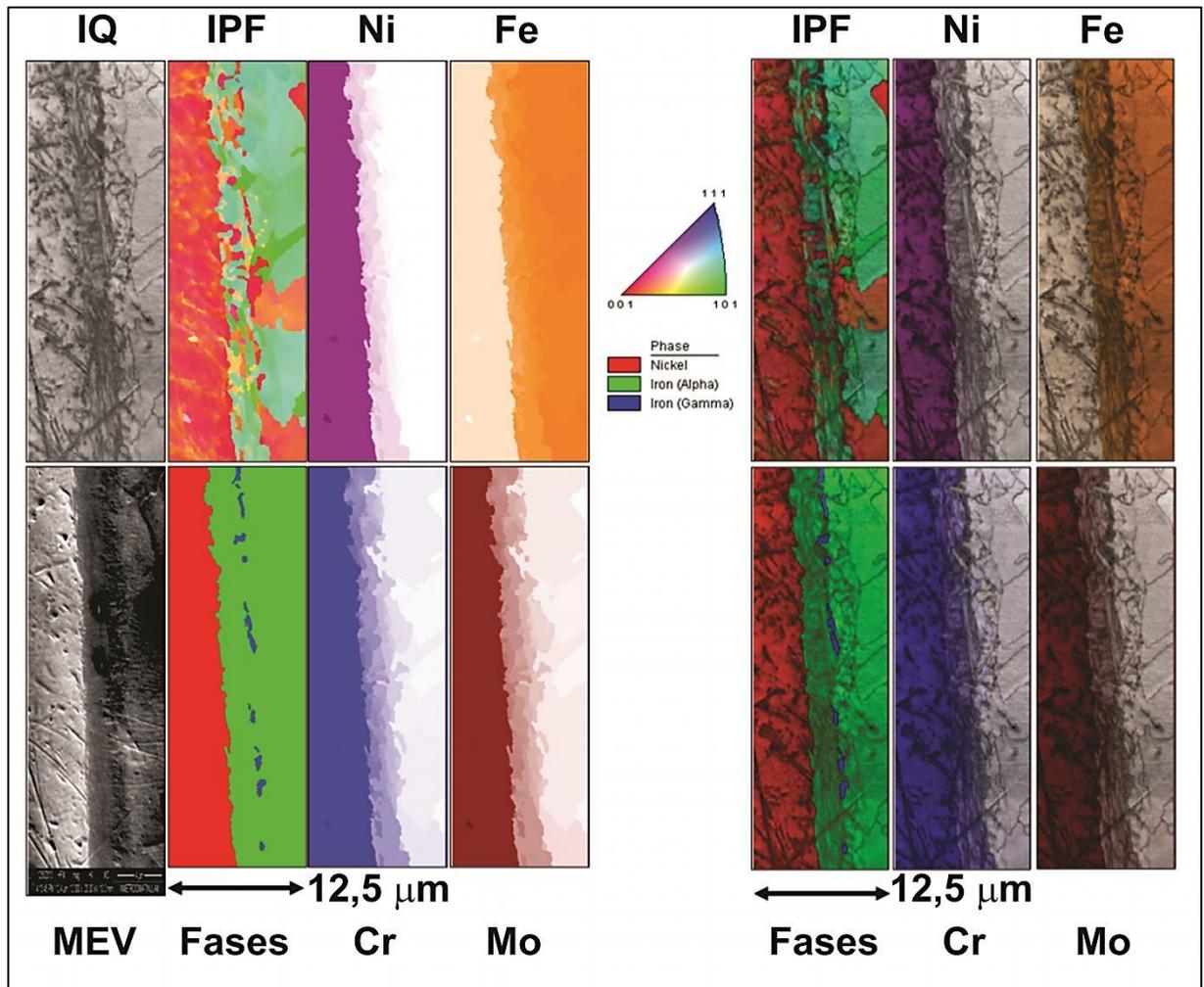


Figura 66. Análise de EBSD da amostra do meio do tubo: IQ – *Image quality*, IPF – Figura de polos inversos, MEV – imagem de varredura, mapeamento de fases e EDS dos principais elementos constituintes, à esquerda. À direita, as imagens das análises foram sobrepostas ao mapa IQ.

5.2.5 Microscopia eletrônica de transmissão (CTEM e STEM)

As análises de microscopia de transmissão (MET) da interface do tubo foram realizadas em amostras preparadas por FIB (*focused ion beam* – feixe de íons focalizados) que esculpiram amostras de cerca 12 μm , centradas na interface, do lado vazado e do meio do tubo, mostradas na Figura 67.

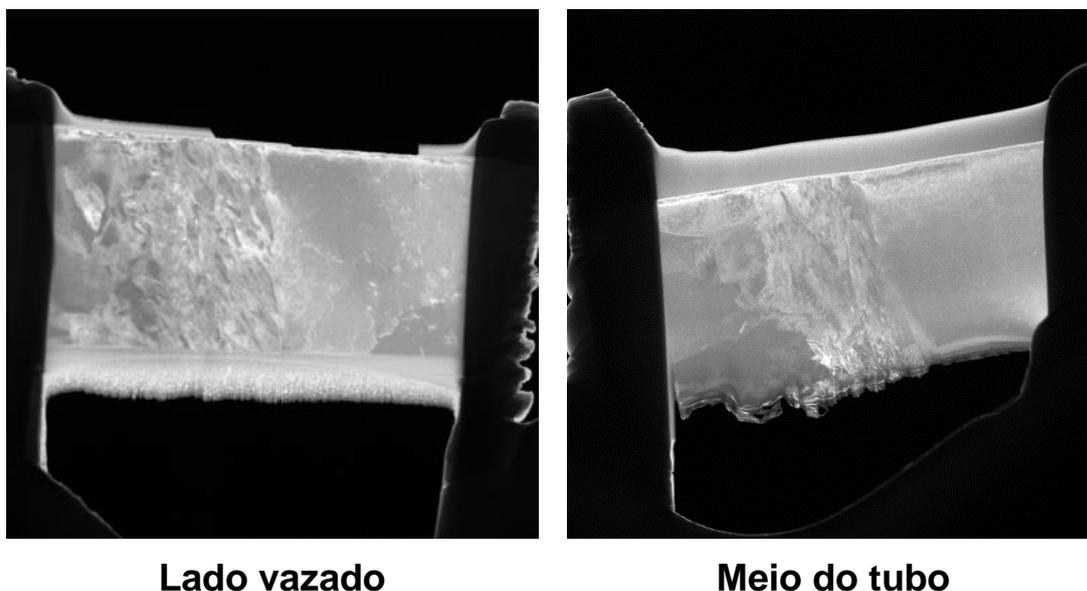


Figura 67. Imagens de STEM das amostras produzidas por FIB. Comprimento da amostras de aproximadamente 12 μm .

Nas imagens de STEM e CTEM apresentadas para as amostras preparadas por FIB do lado vazado (Figura 68) e do meio do tubo (Figura 69) apresentaram características muito semelhantes: ausência de precipitados na CRA, não sendo observados os carbonetos de Nb, ou mesmo fases de Laves. Os precipitados de NbC interdendríticos são observados apenas em distâncias superiores a 20 μm da interface, situando-se além, então, da região observada nas amostras obtidas por FIB. Também em ambas as amostras, na CRA próxima à interface observa-se uma maior concentração de discordâncias, especialmente na CRA imediatamente adjacente à interface.

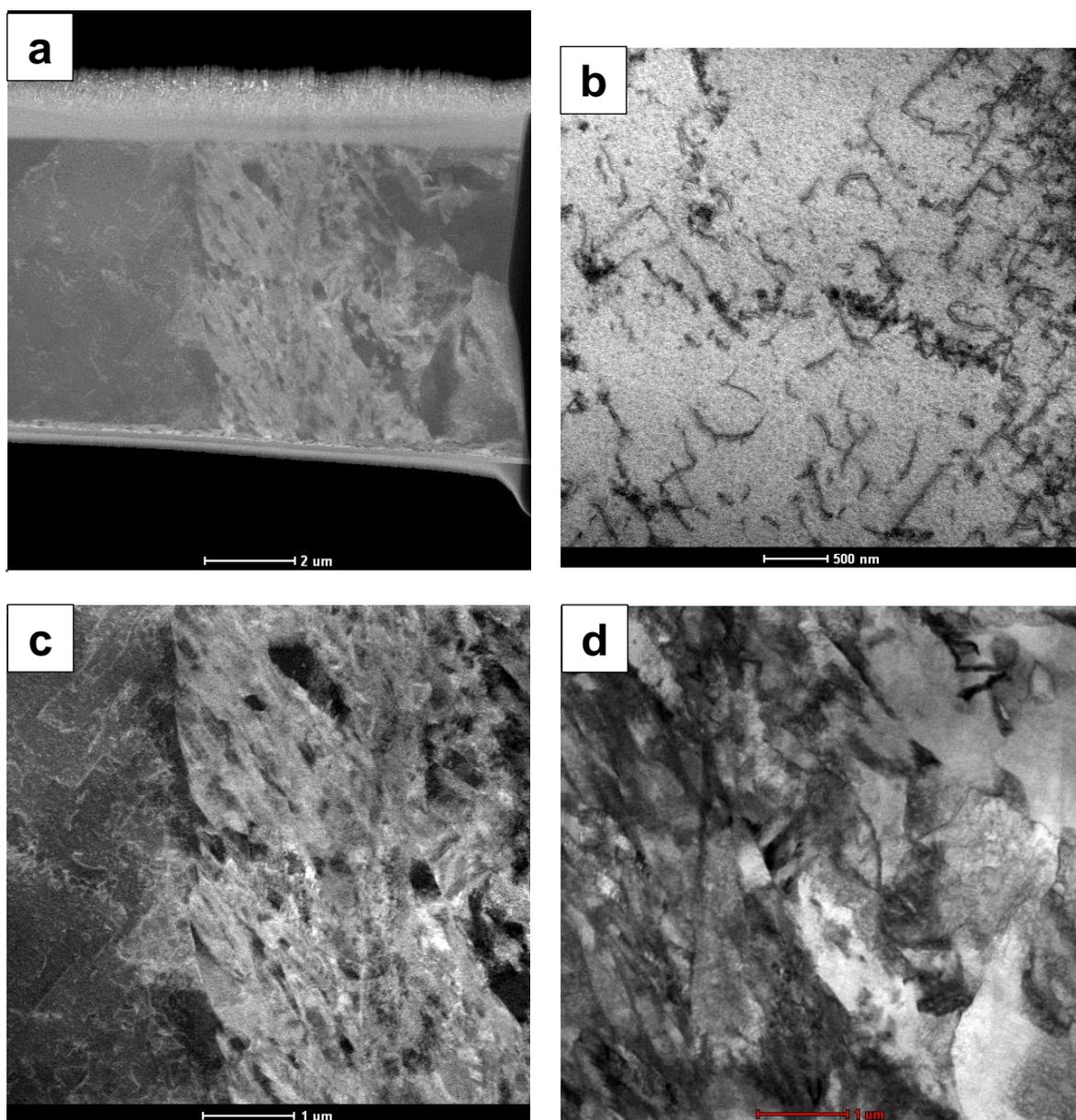


Figura 68. Imagens de STEM da amostra preparada por FIB do lado vazado: (a) imagem de STEM com detector de campo escuro anular (ADF) mostrando a visão geral da amostra; (b) detalhe do lado da *CRA* mostrando concentração de discordâncias próximas à interface; (c) detalhe a interface entre a *CRA* e a região de grãos finos (campo escuro) e (d) fronteira entre grãos finos e grossos no aço (campo claro).

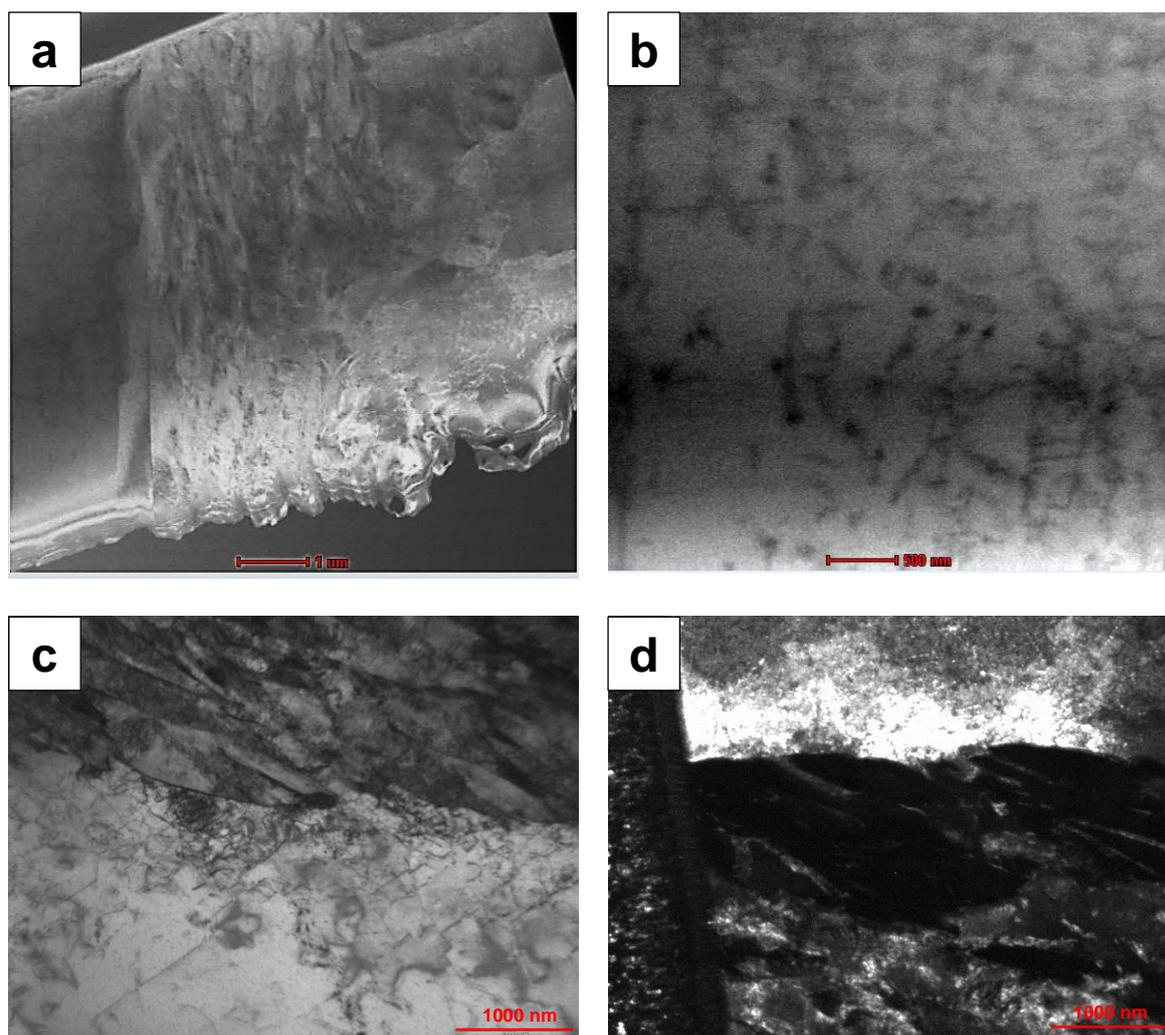


Figura 69. Imagens de STEM da amostra preparada por FIB do meio do tubo: (a) imagem de STEM com detector de campo escuro (DF) mostrando a visão geral da amostra; (b) detalhe do lado da *CRA* mostrando concentração de discordâncias próximas à interface (campo claro). Imagens de CTEM: (c) Interface entre a *CRA* e a região de grãos finos (campo claro) e (d) imagem de campo escuro centralizado (CDF) da região de grãos finos.

Esta maior concentração de discordâncias na interface se deve provavelmente a contração térmica diferencial entre o *backing steel* e a *CRA*: os materiais constituintes do tubo apresentam coeficientes de expansão térmica diferentes, o que durante o processo de resfriamento, após o processo de fundição centrífuga e solidificação, induz tensões na região da interface, que são acomodadas mediante uma pequena deformação plástica, que se manifesta no aumento da concentração de discordâncias.

Adjacente à interface com a *CRA*, no *backing steel* também se observa nas duas amostras uma região de grãos finos e alongados, como observado também na análise de EBSD (Figura 66). A difração de elétrons de áreas selecionada (SADP) nestes grãos finos, apresentadas na Figura 70.a, revelou que estes grãos apresentam estrutura CCC da ferrita ($Fe-\alpha$), também de acordo com o resultado da análise de EBSD. A região de grãos mais grossos no *backing steel*, mais afastados da interface também apresentaram a estrutura da ferrita α (Figura 70.b). Em nenhuma destas duas regiões ferríticas distintas foi encontrada evidência conclusiva da presença de carbonetos, devido provavelmente a descarbonetação da região adjacente à interface, como já mencionado anteriormente. Já a *CRA* apresenta, como esperado, a estrutura CFC da austenita do níquel (γ). A região dos grãos finos de ferrita adjacentes à interface, durante o processo de vazamento e erosão do *backing steel* pela liga 625 líquida, foram expostos a maior temperatura em relação ao restante (que apresentou maior tamanho de grão ferrítico), e está situada mais longe da região de extração de calor (o molde, que após o vazamento e centrifugação da *CRA* líquida foi resfriado por jatos d'água). Assim, nesta região adjacente a interface não se esperaria encontrar grãos finos como os observados.

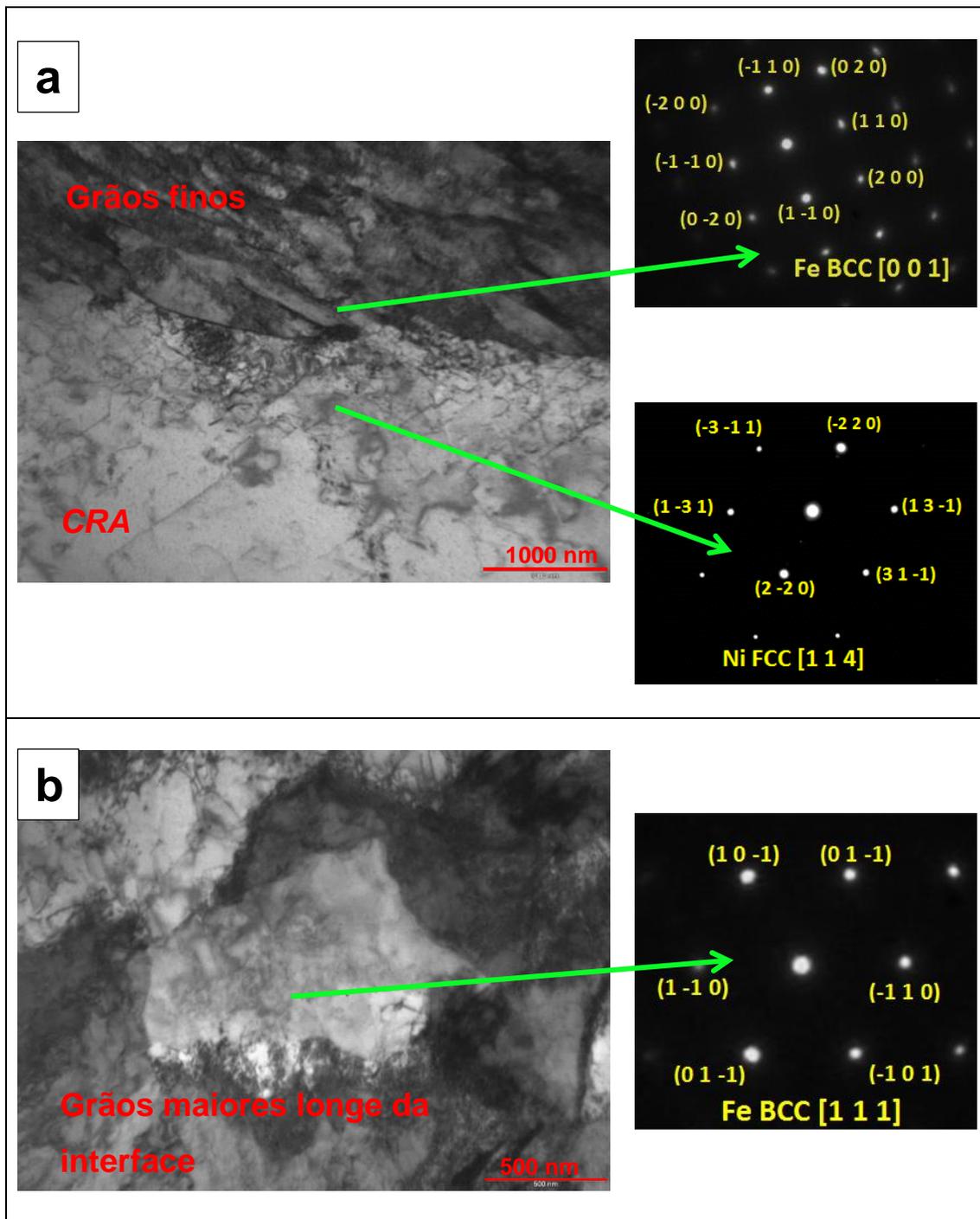


Figura 70. Imagens de CTEM (campo claro) da interface entre o *backing steel* e a CRA (a) e do *backing steel* mais afastado da interface (b), com os padrões de difrações de elétrons de área selecionada e suas origens indicadas. Amostra do meio do tubo.

Através das análises de EDS em linha realizadas nas amostras de FIB, por STEM, pode-se determinar o perfil composicional de Fe, Ni e Cr da CRA, passando pela interface, pela região de grãos ferríticos finos alongados e finalmente para a região de grãos ferríticos grossos (Figura 71). Os perfis de composição de Cr e Ni ao longo da amostra apresentam comportamentos distintos quando comparados entre si. A diferença no comportamento é devida a facilidade com que cada espécie atômica se move (ou seus coeficientes de difusão) na matriz do aço (que é totalmente austenítica em temperaturas acima de cerca de 900°C e totalmente ferrítica em temperaturas abaixo de cerca de 800°C). O perfil do Cr se mostra quase como uma linha reta em ambas as amostras, enquanto que o perfil do Ni se mostra como uma curva sigmoide, típica de perfis de difusão (também em ambas as amostras).

Quando os teores medidos de Cr e Ni são comparados em posições análogas (em relação à interface) entre as amostras, verifica-se que a amostra do lado vazado apresenta maiores teores destes elementos que a amostra do meio do tubo, até cerca de 2000 nm da interface no lado do *backing steel*, quando após se tornam indistintos entre as amostras. Os maiores teores de Ni e Cr na amostra do lado vazado indicam que de fato que esta região foi exposta a maiores temperaturas durante o processo de centrifugação, que outras regiões do tubo (meio do tubo e, provavelmente também, o lado oposto ao vazamento). A liga 625 fundida, quando vertida/vazada sobre o *backing steel*, sofreu resfriamento devido à troca de calor, diminuindo a temperatura conforme percorria a extensão do molde durante o preenchimento, além de que o *backing steel* no lado vazado apresentava também maior temperatura que as outras regiões pelo mesmo motivo. A maior temperatura nesta região levou a uma maior interdifusão de elementos entre os materiais constituintes do tubo bimetálico, além de ser responsável também pela maior erosão observada no *backing steel*.

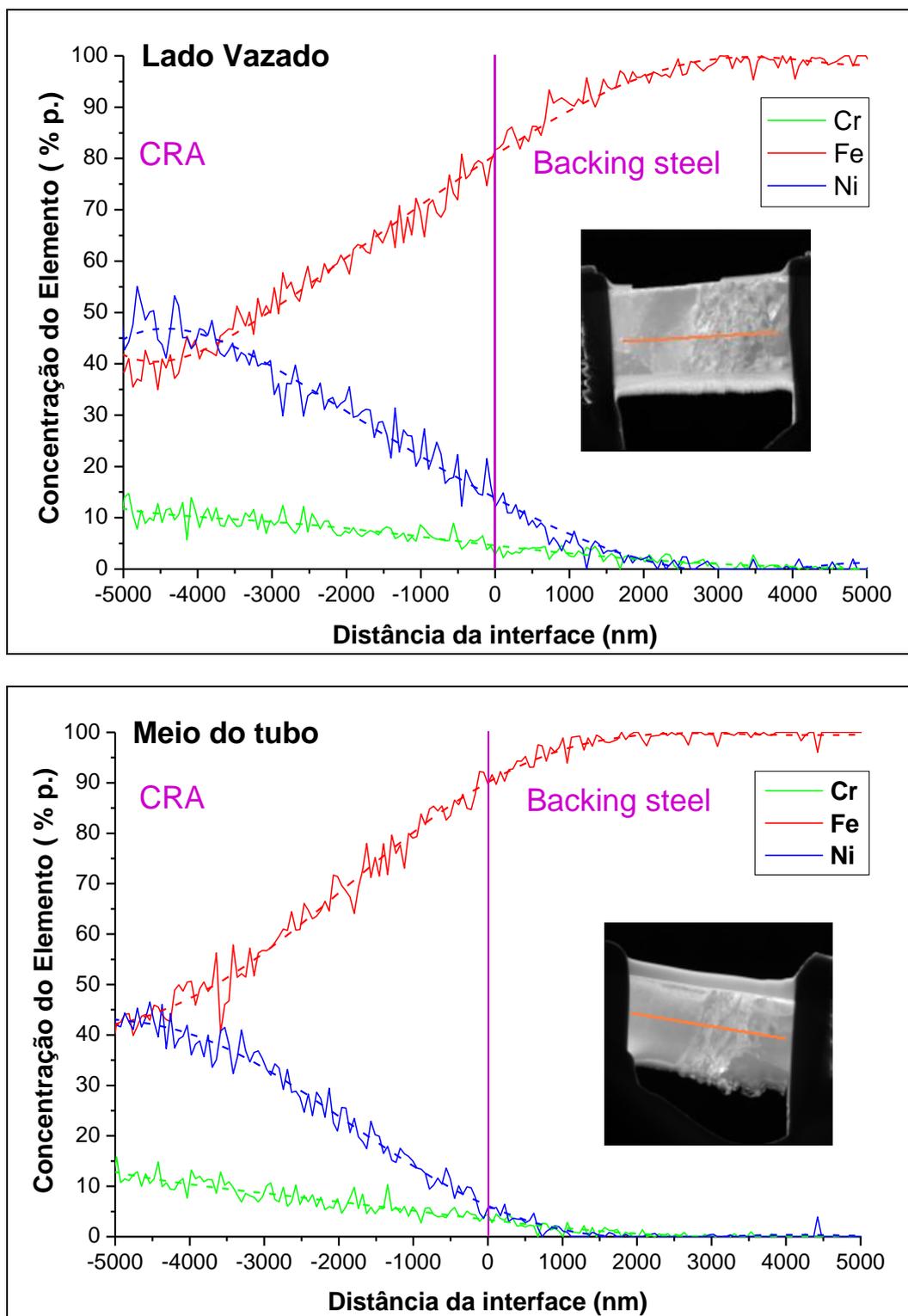


Figura 71. Perfil composicional de Fe, Cr e Ni em linha (*linescan*) determinado por EDS em STEM, nas amostras preparadas por FIB. Tamanho da linha analisada: 11.200 nm.

O ajuste dos perfis de composição obtidos pelo *linescan*, através de um polinômio de grau 6 (curvas tracejadas na Figura 71), e o teor de Ni e Cr de algumas posições relativas à interface no *backing steel* foram tomadas e inseridas no diagrama de Schaeffler [50]. Embora este diagrama tenha sido originalmente concebido para determinação de fases presentes em soldas, este tem sido empregado com sucesso na determinação de fases esperadas em aços inoxidáveis [2]. Os valores dos teores de Ni e Cr nas posições relativas à interface medidas são apresentadas na Tabela 12, juntamente com a fase predita pelo diagrama de Schaeffler, de acordo com o teor de Ni e Cr.

Tabela 12. Teores de Ni e Cr mensurados por EDS no *backing steel* a diferentes distâncias da interface e as fases esperadas de acordo com o diagrama de Schaeffler. Amostras do lado vazado e do meio do tubo.

Distância da interface (nm)	Lado vazado			Meio do tubo		
	Cr (%p.)	Ni (%p.)	Fase predita pelo diagrama de Schaeffler	Cr (%p.)	Ni (%p.)	Fase predita pelo diagrama de Schaeffler
0	4,7	14,3	M	3,5	6,5	M
500	3,8	10,9	M	2,5	3,3	M
1000	3,1	7,1	M	1,8	0,3	F+M
1500	2,5	4,2	M	1,2	0	F+M
2000	1,9	1,9	M / F+M	0,6	0	F+M
2500	1,4	0,4	F+M	0,2	0	F+M
3000	1,0	0	F+M	0	0	F+M
3500	0,7	0	F+M	0	0	F+M

F= Ferrita; M=Martensita; M / F+M= fronteira entre os campos Martensita e Ferrita+Martensita.

Em ambas as amostras, na interface com a *CRA* e nas suas proximidades a fase esperada é a martensita, sendo que na amostra do lado vazado a região contida no campo de martensita como fase única no diagrama de Schaeffler é mais profunda, devido aos maiores teores de Ni e Cr presentes (difusão mais intensa devido a exposição desta região do tubo à temperaturas mais altas). Entretanto, os grãos finos e alongados da região adjacente à interface apresentaram padrões de difração de elétrons CCC (ferrita α) e não TCC (tetragonal de corpo centrado), típica da martensita nos aços. Isto é explicado

pela descarbonetação nesta região: aços com teores muito baixos de carbono (<0,08%), que apresentem temperabilidade suficiente (que nas amostras são atingidas devido ao teor de Ni e Cr na região adjacente à interface), durante o resfriamento, a austenita se transforma em uma ferrita acicular muito fina e de alta resistência e tenacidade, também chamada de bainita de baixo carbono ou ferrita acicular de alta resistência [51], ao invés da ferrita poligonal convencional (que nas amostras analisadas consistem nos grãos ferríticos mais grosseiros observados na região mais afastada da interface). A região contendo esta ferrita acicular de alta resistência (bainita de baixo carbono) na amostra do meio do tubo é nitidamente menor e com um término mais definido que na amostra do lado vazado, que apresenta maiores teores de Ni e Cr, com maior região de bainita de baixo carbono e uma fronteira entre a região da bainita de baixo carbono e ferrita poligonal. A bainita de baixo carbono apresenta alta resistência se comparada a ferrita poligonal, promovendo a maior dureza medida no *backing steel* na interface (Figura 57). Não foi encontrada nenhuma evidência de grãos austeníticos na transição entre a ferrita acicular e a ferrita poligonal, especialmente no que diz respeito ao perfil de composição química (onde os teores de Ni e Cr se situaram no campo austenítico do diagrama de Schaeffler), assim a presença de tais grãos no resultado da análise de EBSD deve-se de fato a uma má interpretação do software de análise.

5.3 Caracterização mecânica e microestrutural do tubo segundo os tratamentos térmicos para o *backing steel*

5.3.1 Efeito do tratamento de solubilização no *backing steel*

De forma a verificar a adequação das propriedades do *backing steel* com a norma API 5L e 5LD, e com a necessidade de se fornecer a CRA na condição solubilizada, foi proposto a austenitização e a solubilização em apenas uma etapa consistindo em solubilizar à 1200°C por 1h o *backing steel* e a CRA, seguido de têmpera em água agitada.

A microestrutura do *backing steel* solubilizado, no tubo bimetalico é mostrada na Figura 72. Após a solubilização em 1200°C por 1h, seguida de resfriamento em água, produz uma microestrutura completamente diferente da amostra bruta de fundição. Pode-se observar a ferrita em rede, que delineando o contorno de grão austenítico anterior de dimensões bem menores que os observados no *backing steel* do tubo bimetalico bruto e de geometrias mais esféricas, com a presença de ferrita acicular no interior destes grãos, e a ausência de perlita. Essa microestrutura é típica de aços que sofreram superaquecimento no campo austenítico [51]. A transformação martensítica não ocorre devido ao baixo teor de carbono do aço (0,17%p.) e ao baixo teor de elementos, como o Ni que aumentam a temperabilidade.

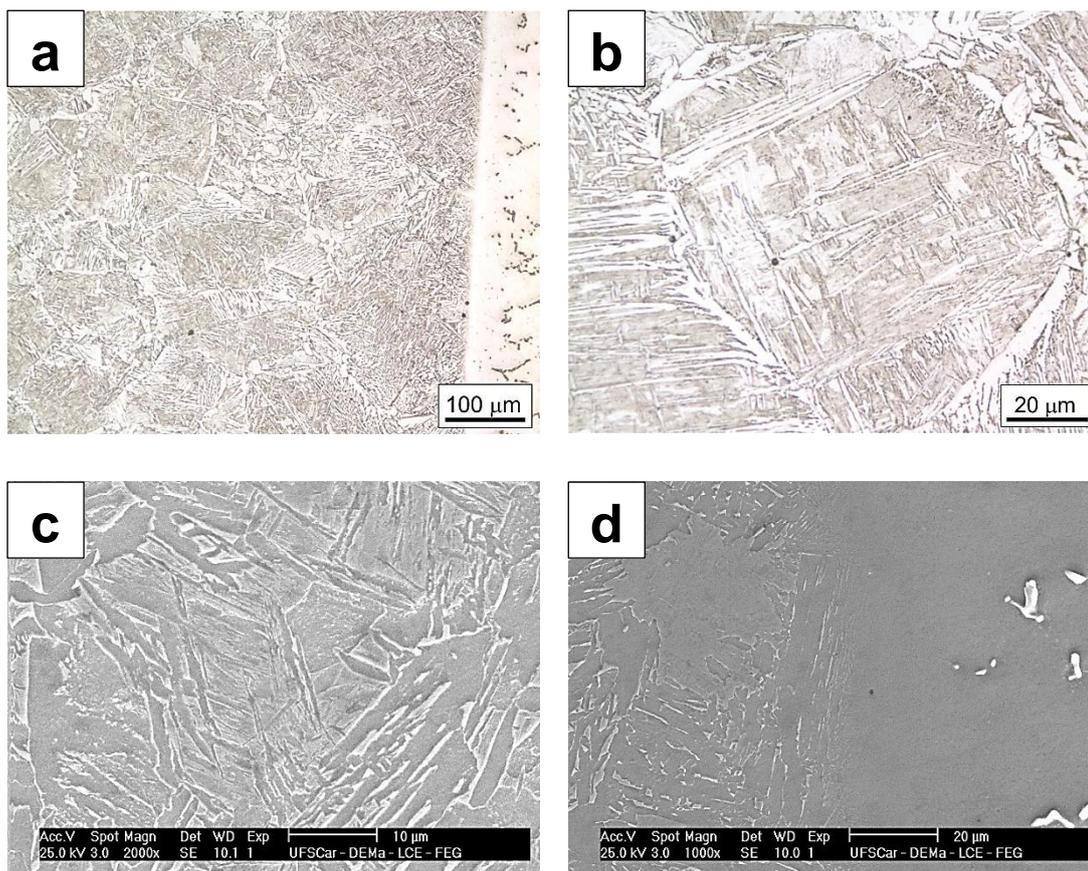


Figura 72. Microestrutura do *backing steel* solubilizado: (a) MO próxima a interface; (b) MO mostrando grão austenítico anterior; (c) MEV mostrando ferrita acicular dentro do grão austenítico anterior; (d) MEV região da interface entre os materiais constituintes.

As propriedades mensuradas no ensaio de tração longitudinal dos corpos de prova bimetálicos bruto e na condição solubilizados são apresentadas na Tabela 13.

Tabela 13. Propriedades em tração dos corpos de prova bimetálicos nas condições brutos e solubilizados.

Condição	Limite de escoamento LE (t0,5)	Limite de resistência LR (MPa)	Alongamento A%	Estricção E%
Bruto	324±0	527±8	29±3	34±2
Solubilizado	431±11	685±25	19±1	34±2

Verificou-se uma que a ductilidade que os corpos de prova bimetálicos solubilizados sofreram redução no alongamento, porém obteve-se um ganho de mais de 100 MPa no limite de escoamento e mais de 150 MPa no limite de resistência.

5.3.2 Ensaio de tração longitudinal de corpos de prova solubilizados e revenidos

Para as curvas de revenimento, corpos de prova de tração bimetálicos foram solubilizados à 1200°C/1h, temperados em água agitada e revenidos por 1h em temperaturas entre 500 e 750°C, seguido por resfriamento ao ar. Também foram solubilizados e temperados corpos de prova de um tubo monocamada API 5L X65Q produzido também por centrifugação, para efeito de comparação. Os valores médios das propriedades medidas nos ensaios de tração longitudinal do

tubo monocamada API 5L X65Q (utilizados como referência) e dos corpos de prova bimetálicos solubilizados e revenidos são apresentados na Figura 73 e Figura 74, respectivamente, em função da temperatura de revenimento.

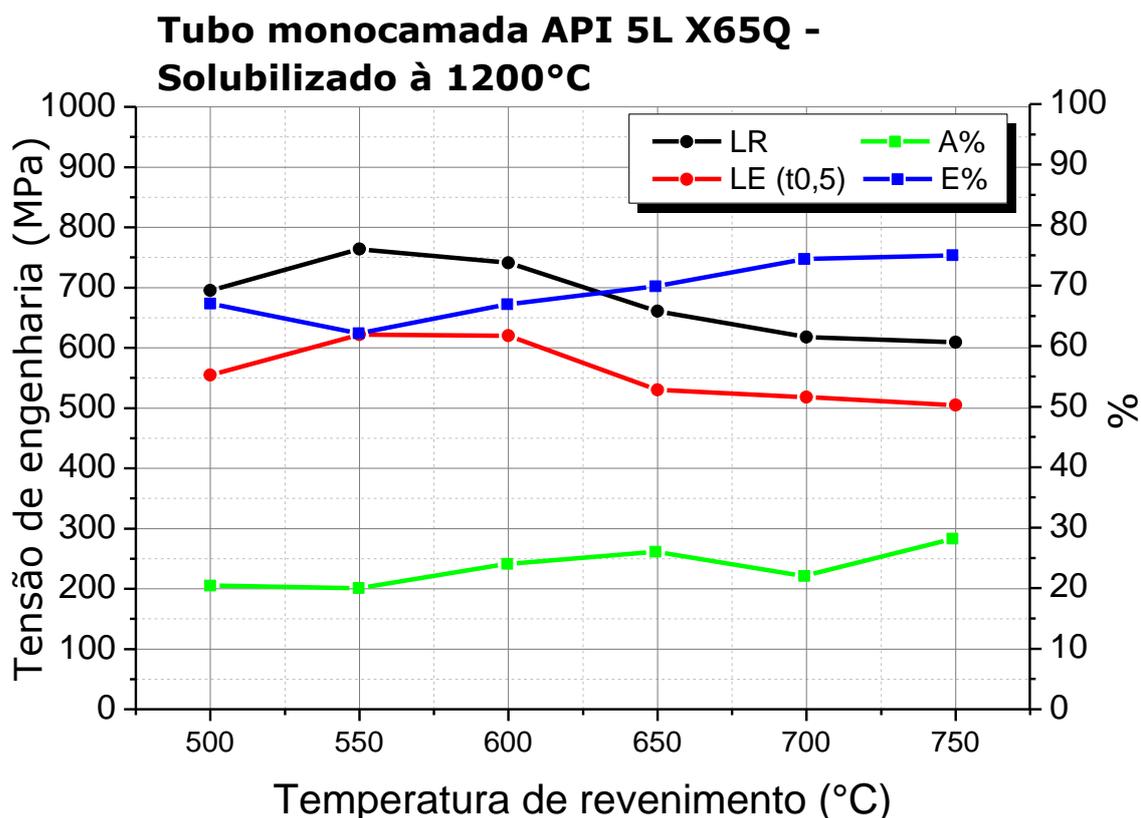


Figura 73. Curvas de propriedades mecânicas medidas no ensaio de tração longitudinal em função da temperatura de revenimento (por 1h, seguido de resfriamento ao ar) para o tubo monocamada em API 5L X65Q, solubilizado à 1200°C/1 h, seguido de resfriamento em ar calmo.

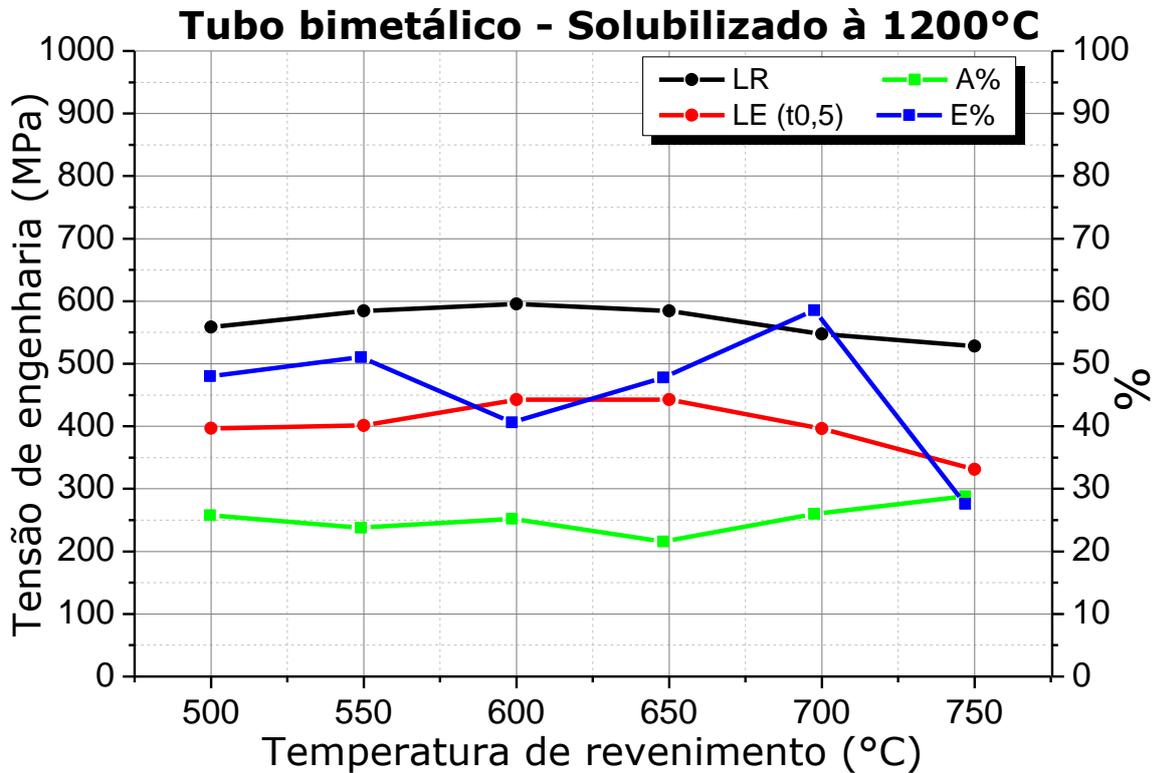


Figura 74. Curvas de propriedades mecânicas medidas no ensaio de tração longitudinal em função da temperatura de revenimento (por 1h, seguido de resfriamento ao ar) para o tubo bimetálico, solubilizado à 1200°C/1 h, seguido de resfriamento em ar calmo.

Nota-se na curva do tubo monocamada (Figura 73) de referência, que um pico de endurecimento bastante significativo, em torno 550°C, onde o limite de escoamento de escoamento (LE) e de resistência (LR) atingem os valores máximos de 622 ± 3 MPa e 764 ± 6 MPa, respectivamente, acompanhados de uma queda no alongamento na fratura (A%) e na estrição (E%), indicando que a ocorrência de precipitação no aço de carbonetos que haviam sido solubilizados, como observado também por Ogata [52], neste mesmo intervalo de temperaturas. Em temperaturas maiores de revenimento, ocorre um amaciamento, levando a diminuição da resistência mecânica e aumento da ductilidade. Seguido o pico de endurecimento, os valores de limite de resistência

e de escoamento diminuem com o aumento da temperatura de revenimento e a aumento da ductilidade (estricção e alongamento).

Nos resultados obtidos para o tubo bimetálico (Figura 74), também é observado um aumento na resistência entre um aumento pequeno entre a partir de 550°C, indicando que no *backing steel* do tubo bimetálico também este mesmo processo ocorre. Os corpos de prova bimetálicos obtiveram bom desempenho sob tração quando solubilizados e revenidos, podendo ser destacado o tratamento de solubilização e revenimento em 650°C, que apresentou um limite de escoamento de 443±28 MPa e um limite de ruptura de 596±22 MPa. Embora os valores obtidos pelo tubo bimetálico sejam sempre inferiores ao obtido pelo tubo monocamada, estes valores obtidos são consideravelmente altos, uma vez que o corpo de prova bimetálico apresenta contribuições não só do aço, mas também da *CRA*, além de que à uma interface presente, e que a resistência da interface cladeada entre os dois materiais é bastante elevada, pelos resultados obtidos.

As imagens de MEV das fraturas dos corpos de prova de tração longitudinal na condição solubilizado e solubilizado e revenido à 650°C são apresentados nas Figura 75 e Figura 76. Os valores obtidos no tubo bimetálico de limite de resistência, escoamento e a estrição se apresentaram abaixo do valor para o tubo monocamada. Isto se deve ao fato de os dois materiais, do *backing steel* e do *CRA* apresentarem características de deformação diferentes. Isto fica claro quando analisamos a superfície de fratura dos corpos de prova. Na Figura 75.a observa-se que o *backing steel* deformou-se mais que a *CRA*, com a estrição muito mais evidente no primeiro. As áreas que cada material ocupava na seção transversal do corpo de prova, que eram aproximadamente iguais no corpo de prova antes do ensaio de tração, após este a área ocupada do aço se encontra bastante reduzida, de forma que a *CRA* passa ocupar maior da superfície de fratura observada. A ductilidade maior do *backing steel* fica evidenciada pelo aspecto alveolar da fratura deste (Figura 76.c) quando comparada com a fratura da *CRA* (Figura 75.d e Figura 76.d), que não apresenta indícios de alvéolos, sendo mais semelhante a uma fratura gerada por clivagem.

Entretanto nas imagens de menor aumento das Figura 75.a e Figura 76.a é possível ver a estrutura dentrítica da *CRA* na superfície da fratura, um indicador de mecanismo da fratura intergranular. Assim, como tanto características de fratura intergranular e clivagem (intragranular) são observadas, as fraturas na *CRA* são melhores classificadas de forma intermediária, como quase-clivagem. Esta característica de fratura é um indicador da fragilidade da *CRA* quando comparada quando comparada ao *backing steel*, que apresentou fraturas tipicamente dúcteis.

Na borda do *backing steel* é possível observar a curvatura da estrição elevada que este apresentou. Na interface antes da fratura, que se observava com sendo contínua, com nenhum defeito ou descontinuidade, agora pode ser ver trincas nestas, após o ensaio de tração (Figura 75.b e Figura 76.b). De fato, a interface age como um concentrador de tensão, sendo então o ponto fraco no tubo bimetalico, ocasionando assim em uma redução na resistência, quando comparamos com o tubo monocamada, juntamente, com o comportamento mais frágil da *CRA* presente nos corpos de prova bimetalicos.

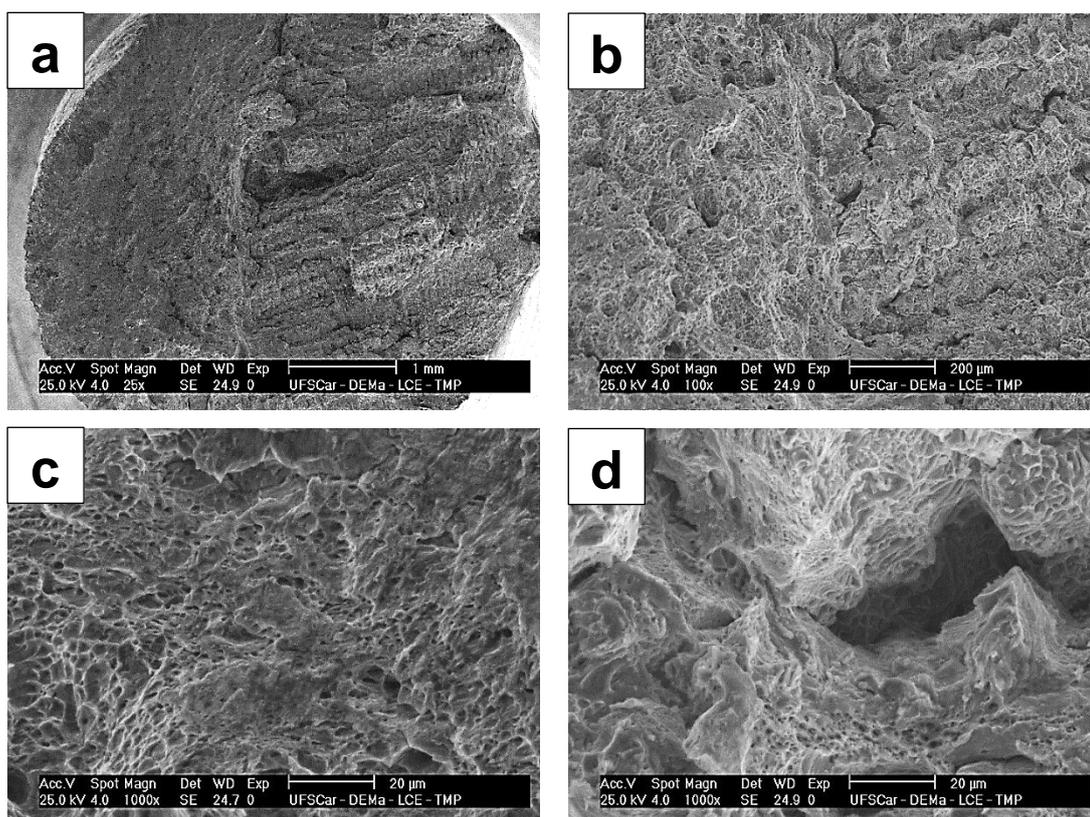


Figura 75. (a) Aspecto da fratura de um dos corpos de prova de tração do tubo bimetalico, solubilizado à 1200°C/1h, (b) na região da interface, (c) na região do *backing steel* e (d) na região da *CRA*.

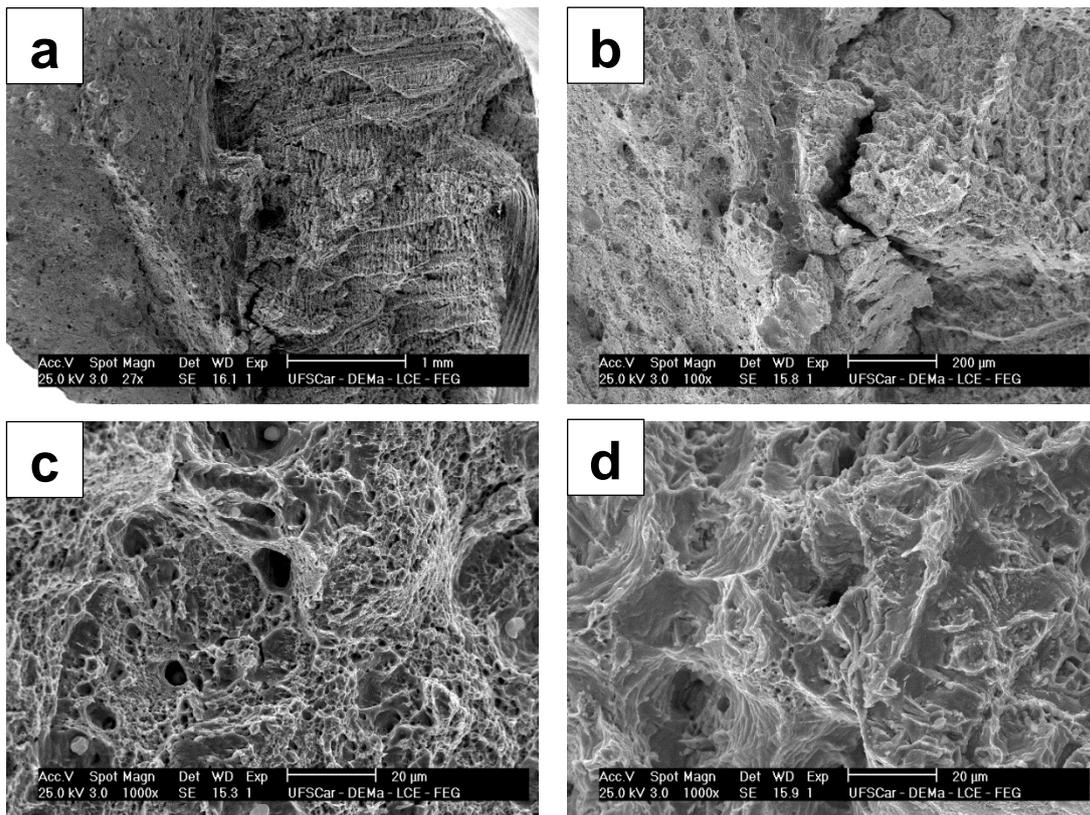


Figura 76. (a) Aspecto da fratura de um dos corpos de prova de tração do tubo bimetalico, revenido em 650°C, (b) na região da interface, (c) na região do *backing steel* e (d) na região da CRA.

5.3.3 Variações microestruturais no *backing steel* com os tratamentos térmicos

As mudanças microestruturais observadas no *backing steel* com os diferentes tratamentos de revenimento, tanto para o tubo monocamada (Figura 77), como para o bimetalico (Figura 78) se mostraram bastante semelhantes: com o aumento da temperatura de revenimento, maior fração da ferrita acicular originária da solubilização seguida de têmpera engrossa, ao mesmo tempo em que a ferrita em rede nos contornos de grão austenítico anterior também engrossa. Este engrossamento da microestrutura é o responsável pelo amolecimento do material, como observado na curva de revenimento do tubo

monocamada, na Figura 73. O endurecimento por precipitação observado entre 550 e 600°C, com carbonetos muito finos sendo precipitados, não podendo ser observados nas imagens de MO, sobrepõe este efeito de amolecimento da transição da microestrutura, porém com a total precipitação dos carbonetos responsáveis por este endurecimento, e seu coalescimento, em temperaturas mais elevadas de revenimento, o efeito do endurecimento é completamente suprimido pela transição microestrutura fina - microestrutura grosseira. A única diferença marcante observada na microestrutura do *backing steel* no tubo bimetalico, em relação ao tubo monocamada, é o aparecimento de grãos ferríticos poligonais grandes, adjacentes à interface, na amostra revenida em 700 e 750°C. Nestas temperaturas mais altas de revenimento, a descarbonetação (difusão de carbono do *backing steel* para a *CRA*) na região adjacente é mais intensa. Assim, nesta região o tratamento de revenimento, gerando estes grãos ferríticos poligonais grandes, tipicamente observados em aços de baixo teor de carbono e de baixa temperabilidade. A ferrita poligonal, devido a grande dimensão de seus grãos e do baixo teor de carbono apresenta baixa resistência mecânica e dureza.

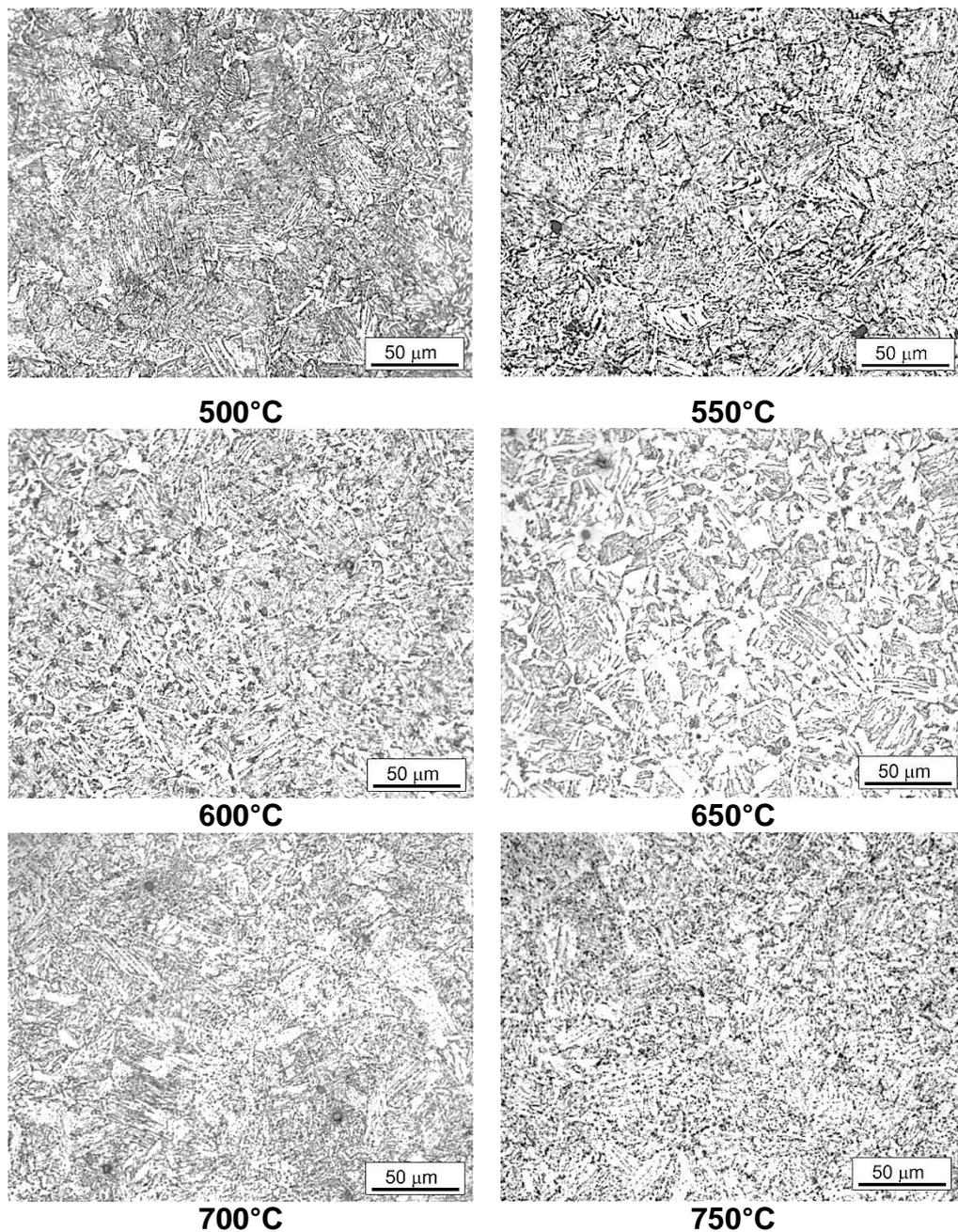


Figura 77. Imagens de MO das microestruturas das amostras do tubo monocamada de API 5L, solubilizadas à 1200°C por 1h, temperadas em água, e revenidas em diferentes temperaturas. Imagens retiradas da secção transversal, à metade da espessura de parede do tubo. Ataque: Nital 2%.

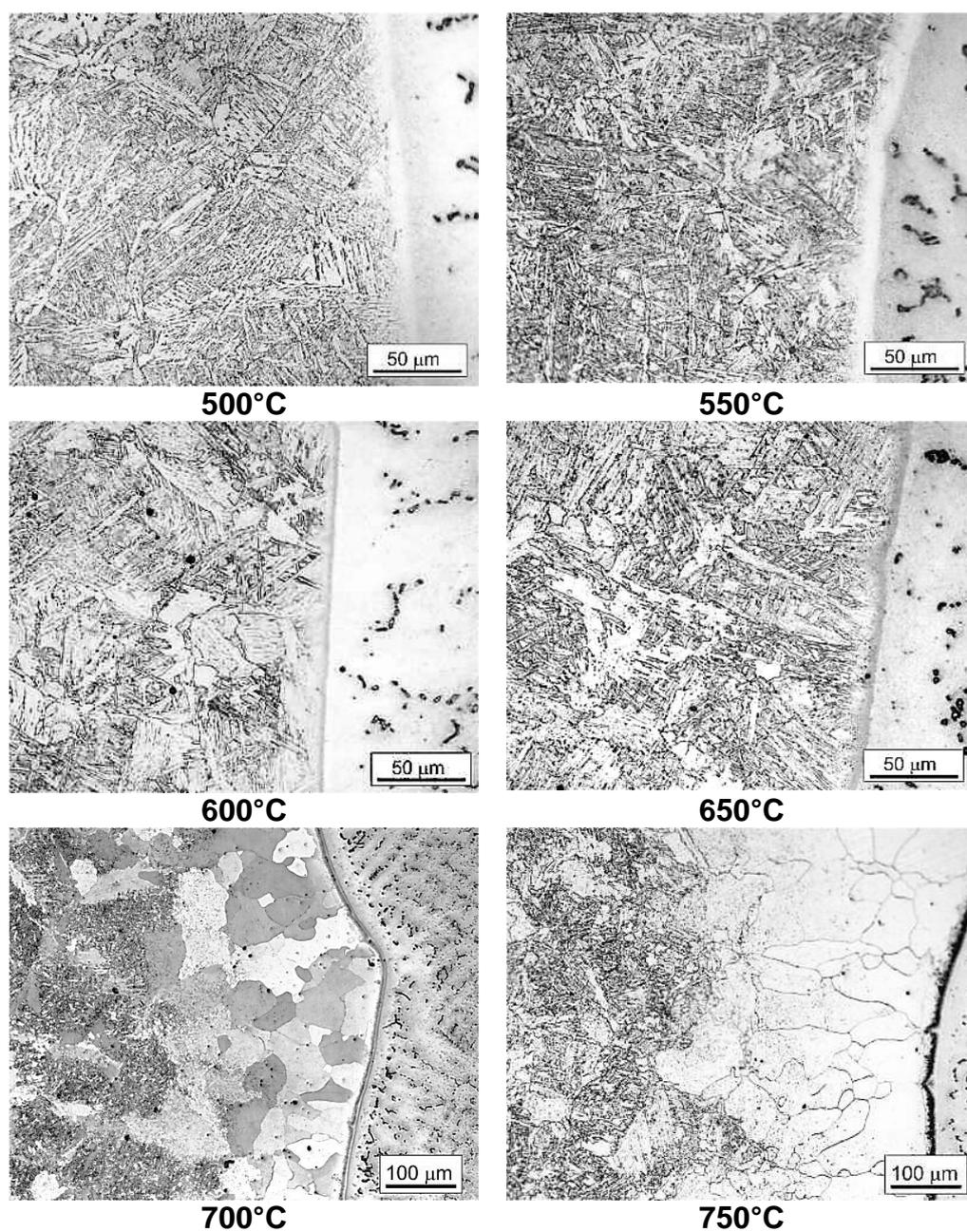


Figura 78. Microestruturas das amostras do tubo bimetalico, solubilizadas à 1200°C por 1h, temperadas em água, e revenidas em diferentes temperaturas. Imagens retiradas da seção transversal, à meio raio, próximo à interface Ataque: Nital 2%.

5.3.4 Variação da dureza dos materiais constituintes do tubo bimetálico com os tratamentos térmicos

A dureza média dos materiais base constituintes do tubo bimetálico, medidas à 2 mm da interface são apresentados na Figura 79. Os valores de dureza do *backing steel* refletem o comportamento observado nas curvas de propriedades em tração do tubo monocamada solubilizado (Figura 73), onde a maior dureza obtida é justamente à 550°C (270 ± 7 HV), acima do previsto pela norma API 5LD, que é de 248HV, porém a dureza diminui entre 600 e 650°C, sendo que nesta última apresenta um valor médio de 196 ± 9 HV. Já os valores de dureza da CRA se mantem praticamente constante durante todo o intervalo de temperaturas de revenimento (aproximadamente 166 ± 4 HV), sendo muito próximo da média obtida da CRA no tubo bimetálico bruto (164 ± 5 HV). Pode-se inferir assim que após a solubilização, os revenimentos procedidos por um tempo de 1h (que é um tempo curto para envelhecimento significativo em várias ligas e superligas de Ni), nas temperaturas ensaiadas não promoveram envelhecimento e precipitação de novas fases na CRA. Todos estes valores médios de dureza obtidos na CRA com diferentes temperaturas de revenimento ainda se apresentam inferiores ao previsto pela norma API 5LD para a dureza máxima na CRA, que é de 345HV.

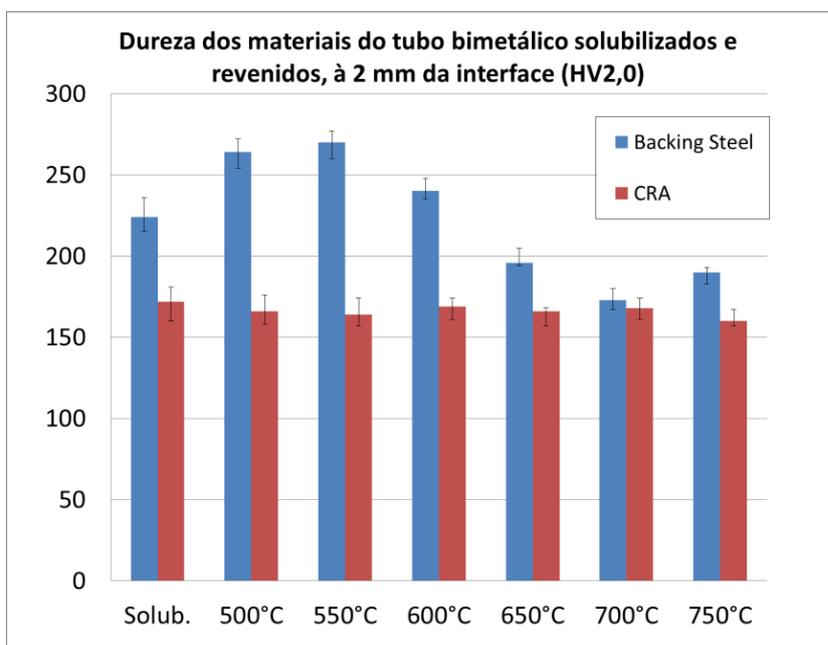


Figura 79. Durezas dos materiais constituintes do tubo bimetálico, à 2 mm da interface, nas condições solubilizados e solubilizados e revenidos em diferentes temperaturas.

5.3.5 Tenacidade ao impacto do *backing steel* com os tratamentos térmicos

Os ensaios de impacto Charpy, com entalhe em V, realizados à 0°C (Figura 80), como proposto pela norma API 5L no tubo de referência mostraram também uma queda na energia absorvida à partir de 600°C, devido também ao efeito do endurecimento por precipitação, cujo efeito de fragilização é recuperado em temperaturas mais elevadas de revenimento. O valor mínimo exigido pela norma API 5L, para um tubo das dimensões do tubo monocamada empregado como utilizado para comparação é de 27J. Com isto, a partir de revenimento com temperaturas a partir de 650°C a tenacidade ao impacto já é suficiente para satisfazer os requisitos da norma API 5L.

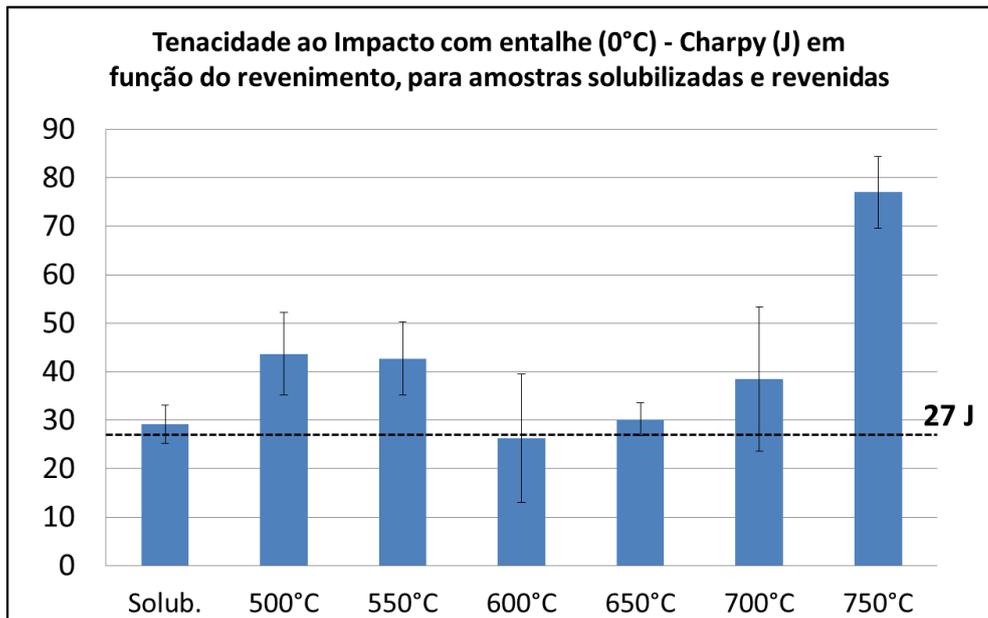


Figura 80. Energias absorvidas médias no ensaio de impacto Charpy com entalhe em V, à 0°C, solubilizados e revenidos em diferentes temperaturas.

5.3.6 Dobramento de corpos de prova do tubo monocamada e do tubo bimetalico

Os resultados dos ensaios de dobramento à frio do tubo monocamada e bimetalico, solubilizados e revenidos em 650°C, são apresentados na Figura 81. Tanto os corpos de prova do tubo monocamada e bimetalico sofreram dobramento total de 180°, sem manifestas trincamento ou mesmo sem apresentar falhas ou nenhuma descontinuidade na interface entre os materiais constituintes, sendo mais uma evidência da resistência da interface cladeada. Estes resultados são importantes, pois tubos cladeados, diferentemente dos tubos *lined*, com a ligação íntima entre os materiais constituintes em toda a extensão do tubo deve permitir o dobramento sem que ocorra o colapso da interface, o que possivelmente inutilizaria o tubo. Vale ressaltar também que os dobramentos de tubos são tipicamente realizados utilizando aquecimento por na região de deformação, de forma a aumentar a ductilidade local, diminuindo o aparecimento de defeitos na curvatura. No caso dos ensaios de dobramento

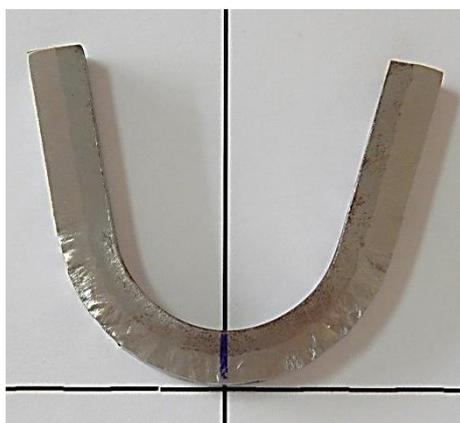
realizados neste trabalho, não houve aquecimento na região de curvatura, e mesmo assim, as amostras do tubo bimetálico puderam ser dobrados à 180° sem o aparecimento de defeitos na face de baixo (oposta ao contato com o cutelo) e sem defeitos ou descontinuidades sendo gerados na interface.



CP monocamada, solubilizado à 1200°C/1h



CP monocamada, solubilizado à 1200°C/1h e revenido à 650°C/1h



CP bimetálico, solubilizado à 1200°C/1h



CP bimetálico, solubilizado à 1200°C/1h e revenido à 650°C/1h

Figura 81. Resultados dos ensaios de dobramento à frio de corpos de prova de dobramento, solubilizados e revenidos à 650°C, do tubo monocamada e do tubo bimetálico.

Com os resultados obtidos, conclui-se que a temperatura mais adequada para o tratamento de revenimento é 650°C, pois são somente se obtém resistências adequadas e dentro dos limites estipulados pela norma API 5L, mas

tenacidade ao impacto, durezas dos materiais base abaixo dos limites máximos e bem como ainda não ocorre a formação de uma zona extensa no *backing steel* de ferritas poligonais adjacente à interface, devido a intensa descarbonetação (devida à difusão do carbono desta região do *backing steel* para a *CRA*).

6 CONCLUSÕES

- Durante o vazamento da *CRA* sobre o *backing steel*, o lado do tubo (mais quente) onde ocorreu o vazamento sofreu extensa erosão, enquanto o meio do tubo apresentou erosão menos intensa e o lado oposto não apresentou erosão aparente. A erosão observada causou um aumento considerável no teor de ferro da *CRA*, como medido por através de EDS;
- O *backing steel* apresentou uma microestrutura composta por ferrita de Widmanstätten nos contornos de grão austenítico anterior, com ferrita acicular e perlita convencional ou degenerada no interior dos grãos;
- A *CRA* não apresentou alterações na microestrutura (composta por uma matriz dendrítica com precipitados interdendríticos de NbC e (Nb,Ti)C) ao longo do tubo, devido a taxa de resfriamento ser mais uniforme ao longo deste. Isso foi refletido na microestrutura (espaçamento dendrítico secundário) e nos valores de dureza;
- A interface se apresentou mais uniforme no lado vazado e no meio do tubo, sem descontinuidades e descarbonetada no *backing steel* adjacente. Na interface do lado oposto apresentou porosidades preenchidas no *backing steel* adjacente, bem como descabonetação mais intensa que nas outras regiões. A interface no lado da *CRA* exibiu acúmulo de óxidos como inclusões, e uma linha de óxido paralela à interface (devida à erosão insuficiente do *backing steel*);
- A microestrutura do *backing steel* adjacente à interface no lado vazado e no meio do tubo mostrou duas regiões distintas: uma região de grãos mais finos, composta por bainita de baixo carbono (com teores de Ni e Cr mais elevados, que aumentaram a temperabilidade desta região) e uma mais grosseira composta por ferrita poligonal (mais baixos teores de Ni e Cr, com menor temperabilidade);

- O acúmulo de discordâncias observado na *CRA* adjacente à interface foi provavelmente devido às tensões térmicas originadas durante o resfriamento;
- O tratamento de solubilização promoveu uma alteração significativa na microestrutura do *backing steel*, resultando em um aumento da resistência mecânica com uma leve redução da ductilidade;
- Nos tratamentos de revenimento observou-se um pico de endurecimento em 550°C, devido à precipitação de carbonetos previamente solubilizados, que elevam bastante o nível de dureza do *backing steel* e também sua resistência mecânica, com redução da tenacidade ao impacto;
- Não se observou endurecimento da *CRA* durante o revenimento, indicando que não ocorreu envelhecimento desta, confirmando que o tratamento de solubilização da *CRA* pode ser combinado com a têmpera e revenimento do *backing steel*;
- Por fim, a condição ideal de revenimento pós-solubilização à 1200°C/1h, foi determinada como sendo 650°C/1h, pois fornece propriedades mecânicas aceitáveis, segundo as normas API 5L e 5LD, sem descarbonetação excessiva na região da interface.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Avaliar a variação de parâmetros da fundição por centrifugação, como a temperatura de vazamento dos materiais: Aço API 5L X65Q (*backing steel*) e o Inconel 625 (a *CRA*), a alternância do lado de vazamento de um e do outro material, as condições de resfriamento (com jatos de água ou não) e a possível utilização de experimentos em escala laboratorial (solidificação direcional) para simular os diversos parâmetros de processo, de forma a reduzir e uniformizar a erosão ao longo de todo o comprimento do tubo bimetálico, reduzindo também a contaminação de Fe na *CRA*, e obtendo um bom cladeamento ao longo de todo comprimento do tubo.

Desenvolver um método de ensaio direto da resistência da ligação entre os materiais da interface, uma vez que o método descrito pela norma API 5LD (ASTM A264 e A265,) é destinado à placas cladeadas, e não a tubos.

Analisar por microscopia eletrônica de transmissão a interface do tubo bimetálico solubilizado e solubilizado e revenido na condição ideal (650°C/1h), verificando se ocorre alterações na região de bainita de baixo carbono, devido a exposição a alta temperatura durante o tratamento térmico.

Simulação termodinâmica através de ThermoCalc para avaliar as diferentes possibilidades de fases formadas ao longo da interface do tubo bimetálico, devido à grande variedade de microestruturas e fases formadas ao longo da variação de composição química entre o Aço API X65 (*backing steel*) e o Inconel 625 (a *CRA*).

Realização de uma caracterização microestrutural avançada através de mapeamento cristalográfico através do microscópio eletrônico de transmissão (TEM) com auxílio da ferramenta Astar, para detectar com resolução nanométrica as fases formadas na interface do tubo bimetálico.

8 REFERÊNCIAS

- [1] DAVIS, J.R. **Alloying: Understanding the Basics**. ASM International, Materials Park, OH, 2001. p.193-202
- [2] SILVA, A.L.V.C. MEI, P.R. **Aços e ligas especiais**. 3 ed. São Paulo: Blucher, 2011. 646 p.
- [3] ROSADO, D.B. DE WAELE, W. VANDERSCHUEREN, D. HERTELÉ S. Latest Developments In Mechanical Properties And Metallurgical Features Of High Strength Line Pipe Steels. In: **5th International Conference on Sustainable Construction and Design**, 2013.
- [4] VALIM, M. T. **Tenacidade a Fratura da Junta Soldada Obtida a Arco Submerso de Aço API 5L Grau X-80**. 2005. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2005.
- [5] ALBARRAN, J.L. MARTINEZ, L. LOPEZ, H.F. **Effect of Heat Treatment On The Stress Corrosion Resistance Of A Microalloyed Pipeline Steel**. Corrosion Science 41 (1999) 1037-1049.
- [6] AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **History**. Disponível em: <<http://www.api.org/globalitems/globalheaderpages/about-api/api-history>> - Acesso em: 21/04/2013.
- [7] AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **API 5L: Specification for Line Pipe**, 2007. 153 p.
- [8] CRAIG, B. D. SMITH, L. **Corrosion Resistant Alloys (CRAs) in the oil and gas industry – selection guidelines update**. 3rd Edition. Nickel Institute Technical Series N° 10073, 2011.
- [9] SPECIAL METALS. **Publication Number SMC-063: Inconel 625**, 2006. 18 p.
- [10] REED, R. C. **The Superalloys: fundamentals and applications**. New York. Cambridge University Press, 2006.

- [11] AMERICA SOCIETY OF METALS. ASM Handbook, vol. 2, **Properties and Selecton: Nonferrous alloys and Special-Purpose Materials**. ASM International, Materials Park, OH, 1990.
- [12] SIMS, C. T.; HAGEL, W. C. **The Superalloys**. New York: Wiley-Interscience, 1972.
- [13] RAJANI H.R.Z. MOUSAVI, S.A.A. A. SANI ,F.M. Comparison of corrosion behavior between fusion cladded and explosive cladded Inconel 625/plain carbon steel bimetal plates. **Materials and Design** 43 (2013) 467–474.
- [14] F. XU *et al.* Microstructural Evolution and Mechanical Properties of Inconel 625 Alloy during Pulsed Plasma Arc Deposition Process. **Journal of Materials Science & Technology**, 2013, 29 (5), 480-488.
- [15] FLOREEN, S. FUCHS, G.E. YANG, W.J. The Metallurgy of Alloy 625. **Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives**. The Minerals, Metals & Materials Society, 1994.
- [16] GANESAN, P. RENTERIA, C.M. CRUM, J.R.. Versatile Corrosion Resistance of INCONEL alloy 625 in Various Aqueous and Chemical Processing Environments. **Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives**. The Minerals, Metals & Materials Society, 1991.
- [17] KYRIAKIDES, S. CORONA, E. **Mechanics of Offshore Pipelines**. Volume 1. Elsevier, 2007. p.59-88.
- [18] SMITH, L. CELANT, M. **CASTI Handbook of Cladding Technology**. 2nd Edition. CASTI Publications Inc. Edmonton, 2000.
- [19] Z.Z. YANG *et al.* Mechanical Properties of Longitudinal Submerged Arc Welded Steel Pipes Used For Gas Pipeline of Offshore Oil. **Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)** Vol.21 No.2 p. 85-93 April 2008.
- [20] TENARIS CONFAB
<www.tenaris.com/TenarisConfab/pt/files/CF_Tubos_Cond.pdf> Acesso em: 28/11/2013

- [21] WERMAC. **Steel Pipe and Manufacturing Processes**. Disponível em: <<http://www.wermac.org/pipes/pipemaking.html>> Acesso em: 20/09/2013.
- [22] AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **API 5LD: Specification for CRA Clad or Lined Steel Pipe**, 2009. 35p.
- [23] SMITH, L. **Engineering with Clad Steel**, 2nd Edition. Nickel Development Institute, Technical Series No. 10064, 2012.
- [24] SPENCE, M. A. *et al.* Bi-metal, CRA-lined pipe employed for North Sea field development. **Oil and Gas Journal**, volume 97, issue 18, 1999.
- [25] ARCELOR MITTAL. **Plate Roll Bonded Clad Steels**. Disponível em: <<http://www.arcelormittalna.com/plateinformation/documents/en/Inlandflats/ProductBrochure/ARCELORMITTAL%20CLAD.pdf>> Acesso em: 06/06/2013.
- [26] AMERICA SOCIETY OF METALS. ASM Handbook, vol. 6, **Welding, Brazing and Soldering**. ASM International, Materials Park, OH, 1990
- [27] DYNAMIC MATERIALS CORP. **NOBELCLAD Technical Bulletin Nt 200: Explosion Bonding Process**. Disponível em : <http://nobelclad.com/jdownloads/White%20Papers/nt_200_cladding_process_rev.pdf> Acesso em: 29/11/13.
- [28] REGAL TECHNOLOGY. **Explosion Bonding and Cladding**. Disponível em: <<http://regaltechnology.thomasnet.com/item/all-categories/explosion-bonding-cladding/item-1001>> Acesso em: 29/11/13.
- [29] WILHELM *et al.* Evaluation of alloy 625 steel bimetallic pipe for petroleum service. **Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives**. The Minerals, Metals & Materials Society, 1991.
- [30] LÓPEZ, B. GUTIÉRREZ, I. URCOLA, J.J. Study of the microstructure obtained after diffusion bonding inconel 625 to low alloy steel by hot uniaxial pressing or hipping. **Materials Characterization** 28: 49-59 (1992).
- [31] SPONSELLER, D.L. TIMMONS, G.A. BAKKER W.T. Development of clad boiler tubes extruded from bimetallic centrifugal castings. **Journal of Materials Engineering and Performance**. Volume 7(2) (1998) 227-238.

- [32] RAJANI, H.R.Z. MOUSAVI, S.A.A.A. The effect of explosive welding parameters on metallurgical and mechanical interfacial features of Inconel 625/plain carbon steel bimetal plate. **Materials Science & Engineering A** 556 (2012) 454–464.
- [33] GOMEZ, X. ECHEBERRIA, J. Microstructure and mechanical properties of carbon steel A210-superalloy Sanicro 28 bimetallic tubes. **Materials Science And Engineering A** (2013); 348, 1-2; 180-191.
- [34] JANCO, N. **Centrifugal Casting**. American Foundry Society, Schaumburg, 1988. 96 p.
- [35] AMERICA SOCIETY OF METALS. ASM Handbook, vol. 15, **Casting**. ASM International, Materials Park, OH, 1990.
- [36] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METAIS. **Curso de fundição**. 6ª ed. São Paulo, 1985. irreg. p.
- [37] TULSA Centrifugal Casting Machines LLC.
<<http://www.centrifugalcasting.com>> Acesso em 25/07/2013.
- [38] NUNES, F.C. **Alteração da microestrutura e das propriedades mecânicas pela adição de ítrio em aços inoxidáveis do tipo HP-modificado fundidos por centrifugação**. 2005. 270 p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica). COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro
- [39] CUSTOMPART. Centrifugal Casting. Disponível em:
<www.custompartnet.com/wu/centrifugal-casting> Acesso em: 29/04/2013.
- [40] KASCHNITZ, E. Numerical simulation of centrifugal casting of pipes. **IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering** 33 (2012)
- [41] WU, X.Q.; ZHAN, Q.; YANG, Y.S.; HU, Z.Q. Difference in As-cast Structures of Centrifugal Casting Heat- Resistant Alloy Caused by Exerted Electromagnetic Field and Cooling Conditions. **Journal Of Materials Science Letters** 17 (1998) 1403-1405.
- [42] X. Q. WU, Y.S. YANG, J.S. ZHANG, G.L. JIA, Z.Q. HU Structure characteristics in industrially centrifugally cast 25Cr20Ni stainless steel tubes

solidified under different electromagnetic field intensity. **Journal of Materials Engineering and Performance** Volume 8(5) October 1999.

[43] X.Q. WU, H.M. JING, Y.G. ZHENG, Z.M. YAO, W. KE, Z.Q. HU. The eutectic carbides and creep rupture strength of 25Cr20Ni heat-resistant steel tubes centrifugally cast with different solidification conditions. **Materials Science and Engineering A** 293 (2000) 252–260.

[44] GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações**. 2ª edição. Campinas: Editora da Unicamp, 2007, 399 p.

[45] SWALES, G.W. Applications of Centrifugally-Cast Alloy Piping and Pipe Fittings in Onshore and Off-shore Oil and Gas Production. **28th Annual Conference of Metallurgists of the Canadian Institute of Mining and Metallurgy Meeting of Sea and Science**. Halifax, 1989.

[46] YOSHITAKE, A. TORIGOE, T. Centrifugally Cast Bimetallic Pipe for Offshore Corrosion Resistant Pipelines. **Proceedings** of the Fourth (1994) International Offshore and Polar Engineering Conference Osaka, Japan, April 10-15, 1994.

[47] MISSORI S., MURDOLO F., SILI, A. Microstructural characterization of a Stainless-cladded Carbon-steel. *Metallurgical Science and Technology*. 2001:19(2):21-24

[48] SILVA, C.C. et al. Aspectos Metalúrgicos de Revestimentos Dissimilares com a Superliga à Base de Níquel Inconel 625. **Soldagem & Inspeção**. 2012: 17(3):251-263.

[49] FLOREEN S., et al. The Metallurgy of Alloy 625. Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives. **Superalloys Conference Proceedings**. 1994:13-37.

[50] SCHAEFFLER, A. L. 1949. Constitution diagram for stainless steel weld metal. **Metal Progress** 56(11):680-680B.

[51] AMERICA SOCIETY OF METALS. ASM Handbook, vol. 1, **Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys**. ASM International, Materials Park, OH, 1990

[51] COLPAERT, H. 1901-1957. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. Silva, André Luiz V. da Costa. 4 ed. Sao Paulo: Edgard Blucher, 2008. 652 p.

[52] P. H. Ogata, **Caracterização microestrutural do aço para tubo API 5L-X65 em diferentes regiões da chapa como laminada e após austenitização e resfriamento sob diversas taxas de resfriamento**. Dissertação (Mestrado em Engenharia), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2009.