

TATIANE SCARABEL PELOSI

**VERIFICAÇÃO DA SUSCEPTIBILIDADE À CORROSÃO SOB TENSÃO DE UM AÇO
API 5DP GRAU S UTILIZADO COMO *DRILL PIPE* EM ENSAIO DE BAIXA TAXA DE
DEFORMAÇÃO**

Guaratinguetá - SP
2017

TATIANE SCARABEL PELOSI

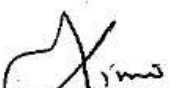
**VERIFICAÇÃO DA SUSCEPTIBILIDADE À CORROSÃO SOB TENSÃO DE UM AÇO
API 5DP GRAU S UTILIZADO COMO *DRILL PIPE* EM ENSAIO DE BAIXA TAXA DE
DEFORMAÇÃO**

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini

Guaratinguetá - SP
2017

P392v	Pelosi, Tatiane Scarabel Verificação da susceptibilidade à corrosão sob tensão de um aço API 5DP GRAU S utilizado como DRILL PIPE em ensaio de baixa taxa de deformação/ Tatiane Scarabel Pelosi – Guaratinguetá, 2017. 63 f. : il. Bibliografia: f. 61-63 Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2017. Orientador: Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini 1. Corrosão. 2. Materiais – Testes dinâmicos. 3. Testes não destrutivos. I. Título. CDU 620.193
-------	--


 Luciana Máximo

Bibliotecária/CRB-8 3595

TATIANE SCARABEL PELOSI

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO
PARTE DO REQUISITO PARA A OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE
"GRADUADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS"

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

Prof. Dr. MIGUEL ANGEL RAMIREZ GIL
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini
Orientador/UNESP-FEG


Prof. Dr. Luiz Rogério de Oliveira Hein
UNESP-FEG


Prof. Dr. Manoel Cleber de Sampaio Alves
UNESP-FEG

Novembro de 2017

DADOS CURRICULARES

TATIANE SCARABEL PELOSI

NASCIMENTO	13.05.1994 – Leme / SP
FILIAÇÃO	José Carlos Pelosi Maria Marcia Scarabel Pelosi
2013/2017	Graduação em Engenharia de Materiais UNESP – Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá

Dedico este trabalho a toda minha família
que sempre apoiou minhas escolhas.

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, pela vida e saúde a mim concedidas.

Agradeço meus pais Maria Marcia Scarabel Pelosi e José Carlos Pelosi por todo o apoio, ajuda e educação, me fornecendo uma base sólida para construir minhas opiniões, criar meus sonhos e alcançar meus objetivos. Agradeço também a minha irmã Carla Scarabel Pelosi pelos conselhos, apoio e ser a melhor tatona do mundo. A minha família, de modo especial, por estarem presentes em todos os momentos da minha vida.

A meu namorado Rodrigo Velasco Christovam, que dividiu comigo os melhores e piores momentos durante todo o período da graduação, obrigada por me motivar e fazer eu acreditar mais em mim.

Ao meu orientador Prof. Dr. Peterson Luiz Ferrandini que aceitou realizar esse trabalho comigo, me motivando e fornecendo apoio e amizade.

A equipe de pesquisadores e técnicos do IPT pela oportunidade profissional e disposição para me ajudar, de forma especial agradeço a meu chefe Marcelo Ferreira Moreira e Neusvaldo Lira de Almeida, e a equipe como todo nos nomes de Henrique Boschetti Pereira, Hamilton Lelis Ito, Jonas de Carvalho Gomes, Bruno de Barros Andrade e Luis Fernando Fiuza Chaves obrigada pelos ensinamentos, apoio e paciência.

Também agradeço a todos os funcionários e amigos da UNESP Campos Guaratinguetá pelo apoio e amizade durante o período da graduação. Em especial a Prof. Dra. Maria Cecília Zannardi por ter sido minha referência durante a graduação e uma grande amiga.

Também agradeço aos meus amigos (as) de modo geral, as meninas da República Tcheca por me acolherem e se tornarem mais um lar para mim. Obrigada pelo apoio, conselhos e momentos os quais passamos juntos.

“A diferença de ganhar e perder, na maioria das vezes, é não desistir.”

Walt Disney

RESUMO

O ensaio de tração em baixa taxa de deformação é um dos métodos de análise, com carga dinâmica, para se avaliar a susceptibilidade à corrosão sob tensão de um determinado material em certo meio. Tal ensaio é utilizado a fim de indicar se o material sofre ou não o processo de corrosão sob tensão e determinar se a aplicação deste está correta, evitando falhas em uso. A indústria petrolífera é um dos maiores clientes do Laboratório de Proteção e Corrosão (LCP) do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo (IPT), sendo que o fenômeno da corrosão sob tensão constitui um problema para essas empresas devido a sua difícil detecção antes das peças fraturarem. Assim, desenvolver um ensaio capaz de acusar se o material é susceptível ou não à corrosão sob tensão é de suma importância para o IPT. Para realizar o ensaio em questão utilizaram-se corpos de prova, com e sem entalhe, de aço API 5 DP grau S 135, aplicado na confecção de tubos de perfuração (*drill pipe*) para poços de petróleo. A máquina de teste é da marca Cortest e realiza ensaio com carga dinâmica. Esses tubos são submetidos a tensões internas e externas durante a perfuração e a ambientes corrosivos como água do mar (durante perfuração *off-shore*) e a fluidos de perfuração, que podem apresentar baixo valor de pH devido a contaminação por H₂S. Os ensaios foram conduzidos com taxa de deformação de 10⁻⁴ mm/s. Como meios de ensaio utilizou-se: ar, água do mar sintética e solução NACE A, sendo que a água do mar sintética apresenta pH levemente alcalino e a solução NACE A apresenta pH ácido. Os meios foram escolhidos a fim de comparar a variação do pH com a susceptibilidade do material a corrosão sob tensão. Quando se verifica a ocorrência da corrosão sob tensão em meio ácido, tal fenômeno pode ser confundido com a fragilização por hidrogênio e não há meios de diferencia-los. As microfractografias revelaram fratura dútil nos ensaios realizados ao ar e em água do mar sintética. Observou-se fratura frágil para as amostras com e sem entalhe ensaiadas em solução NACE A. Assim, ensaiado sob água do mar sintética, o material não apresentou fragilização nas condições de ensaio. Já os ensaios sob solução NACE A sugerem que o material deve ser utilizado com cautela em meios ácidos, pois nessa condição observou-se fragilização. Para finalizar, este trabalho ajudou na implementação e validação do ensaio de tração em baixa taxa de deformação no IPT e na preparação da rotina de ensaio para esse ser oferecido aos clientes do Instituto.

PALAVRAS-CHAVE: Tração em baixa taxa de deformação. Corrosão sob tensão. API 5DP. Meios de ensaio.

ABSTRACT

The *slow strain rate test* (SSRT) is one of the dynamically loaded analysis methods for evaluating the susceptibility to stress corrosion crack (SCC) of a metallic material in a given medium. This test indicates if a certain material undergoes the stress corrosion process and determines its correct application, avoiding misuse. The oil industry is one of the most important clients of the Laboratory of Protection and Corrosion (LCP) of the Institute of Technological Research of the State of São Paulo (IPT). Also, SCC is especially important for this industry, due to the difficult crack detection before failure. Thus, the development of a routine for determining if a given material presents susceptibility to SCC is considerably important for IPT. In order to develop a test routine, notched and unnotched samples were machined using an API 5 DP grade S 135 steel, which is used for fabrication of drill pipes for oil extraction. Dynamic loading tests were performed using a CORTEST equipment. Drill pipes are stressed both internally and externally during drilling operations and are also submitted to the sea water aggressive environment during off shore drilling. Also, drill pipes are often exposed to low PH environments due to contact with H₂S contaminated drilling fluid. Tests were conducted under 10⁻⁴ mm/s and were conducted under (i) air, as a neutral environment; (ii) synthetic sea water, as a slightly alkaline environment and, (iii) NACE A solution, as an acid environment. The three different environments were chosen in order to compare the susceptibility of the material to SCC under different PH conditions. It is impossible to differentiate SCC and hydrogen embrittlement when the first occurs under an acid environment. The fracture surfaces revealed ductile fracture for the samples tested both under air and synthetic sea water, while samples tested under NACE A solution, both notched and unnotched presented brittle fracture. Thus, the tested material should be carefully used under acid environments, since it undergoes embrittlement. Finally, this work decisively contributed to the implementation and validation of the slow strain rate test in the IPT and in a routine development, making it one more regular service available.

KEYWORDS: Slow Strain Rate Test (SSRT). Stress Corrossion Crack. API 5 DP. Testing solutions.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Etapas da corrosão sob tensão (CST).....	18
Figura 2 - Fratura intergranular por CST.....	23
Figura 3 - Drill Pipe marcado para corte e seções retas para usinagem.....	25
Figura 4 – Esquema e corpo de prova utilizado na realização do ensaio BTB com amostra íntegra.....	26
Figura 5 - Esquema do corpo de prova com entalhe utilizado na realização do ensaio BTB...26	
Figura 6 - Esquema e foto maquinário utilizado no ensaio BTB.....	28
Figura 7 - Microestrutura do tubo de perfuração com aumento de 500x.....	32
Figura 8 - Microestrutura do tubo de perfuração com aumento de 1000x.....	32
Figura 9 - Corpos de prova após ensaio.....	33
Figura 10 - Gráfico tensão x alongamento dos corpos de prova ensaiados ao ar.....	35
Figura 11 - Fractografia DP 1.....	36
Figura 12 - Fractografia DP 2.....	37
Figura 13 - Fractografia DP 3.....	38
Figura 14 - Gráfico tensão x alongamento dos corpos de prova ensaiados em solução de água do mar sintética.....	39
Figura 15 - Fractografia DP 4.....	40
Figura 16 -Fractografia DP 5.....	41
Figura 17 - Fractografia DP 6.....	42
Figura 18 - Gráfico tensão x alongamento dos corpos de prova ensaiados em solução NACE A.....	43
Figura 19 - Formação de bolhas na superfície do corpo de prova durante o ensaio BTB em solução NACE A.....	44
Figura 20 - Fractografia DP 7.....	45
Figura 21 - Fractografia DP 8.....	46
Figura 22 - Fractografia DP 9.....	47
Figura 23 - Múltiplas trincas, 1 e 2 ensaiados em água do mar sintética e 3 e 4 ensaiados em solução NACE A.....	48
Figura 24 - Corpos de prova entalhados após ensaio.....	49
Figura 25 - Pontos de corrosão e bolhas na superfície do corpo de prova ensaiado em solução NACE A.....	51
Figura 26 - Gráfico tensão x alongamento dos corpos de prova ensaiados ao ar.....	52

Figura 27 - Fractografia DPE 1.....	53
Figura 28 - Fractografia DPE 2.....	54
Figura 29 - Fractografia DPE 3.....	55
Figura 30 - Gráfico tensão x alongamento dos corpos de prova ensaiados em solução NACE A.....	56
Figura 31 - Fractografia DPE 7.....	57
Figura 32 - Fractografia DPE 8.....	58
Figura 33 - Fractografia DPE 9.....	59

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Classificação dos tubos de perfuração.....	22
Tabela 2 - Identificação dos corpos de prova e meios de ensaio.....	28
Tabela 3 - Composição solução NACE A.....	29
Tabela 4 - Composição solução água do mar sintética.....	30
Tabela 5 - Resultados do ensaio de tração em baixa taxa de deformação das amostras íntegras.....	33
Tabela 6 - Resultados do ensaio de tração em baixa taxa de deformação das amostras entalhadas.....	50

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

API	American Petroleum Institute
ASM	American Society for Metals
ASTM	American Standard Test Method
BTD	Baixa Taxa de Deformação
CP	Corpo de Prova
CST	Corrosão Sob Tensão
EAC	Environment Assisted Cracking
HRC	Rockwell C
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo
LVDT	Linear Voltage Diferencial Transducer
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NACE	Nacional Association of Corrosion Engineers
SSRT	Slow Strain Rate Test

LISTA DE SÍMBOLOS

MPa	Mega Pascal
K_{IC}	fator de intensificação de tensão crítico
K_{ISCC}	fator de intensificação de tensão da corrosão sob tensão
pH	potencial hridrogeniônico
mm/s	milímetro por segundo
D_i	diâmetro inicial
D_f	diâmetro final
RA	redução de área
RRA	taxa de redução de área
Kgf	kilo grama força
°C	graus Celsius
m/min	metro por minuto
kg	kilograma
L_i	comprimento inicial
DP	drill pipe
L_f	comprimento final
NaCl	cloreto de sódio
CH_3COOH	ácido acético
H_2O	água
$MgCl_2 \cdot H_2O$	cloreto de magnésio
$CaCl_2$	cloreto de cálcio
$SrCl_2 \cdot 6H_2O$	cloreto de estrôncio
KCl	cloreto de potássio
$NaHCO_3$	bicarbonato de sódio
KBr	brometo de potássio
H_3BO_3	ácido bórico
NaF	fluoreto de sódio
Na_2SO_4	sulfato de sódio anidro
mm^2	milímetro quadrado
ΔL	variação de comprimento
ΔD	variação do diâmetro
mm	milímetro

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	CONTEXTUALIZAÇÃO	15
1.2	OBJETIVOS	15
1.3	JUSTIFICATIVA	15
2	REVISÃO DA LITERATURA	16
2.1	TRINCA ASSISTIDA PELO MEIO	16
2.2	CORROSÃO SOB TENSÃO	17
2.3	ENSAIO DE TRAÇÃO EM BAIXA TAXA DE DEFORMAÇÃO	19
2.3.1	Meios de ensaio	21
2.4	DRILL PIPE	22
2.5	MICROFRACTOGRAFIA	23
3	MATERIAIS E MÉTODOS	25
3.1	A OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	25
3.2	ENSAIO DE DUREZA	27
3.3	O ENSAIO A BAIXA TAXA DE DEFORMAÇÃO	27
2.3.3.1	Os meios de ensaio	29
3.3.2	O tratamento dos dados obtidos durante o ensaio de tração em baixa taxa de deformação	30
3.4	CARACTERIZAÇÕES DA SUPERFÍCIE DE FRATURA	31
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	32
4.1	CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURA	32
4.2	TRAÇÃO EM BAIXA TAXA DE DEFORMAÇÃO PARA AMOSTRAS ÍNTEGRAS	33
4.2.1	Ar (Meio de Controle)	34
4.2.2	Água do mar sintética	38
4.2.3	Solução NACE A	43
4.3	NUCLEAÇÃO MULTIPLA DE TRINCAS	48
4.4	TRAÇÃO EM BAIXA TAXA DE DEFORMAÇÃO PARA AMOSTRAS ENTALHADAS	49
4.4.1	Ar (Meio de Controle)	51
4.4.2	Solução NACE A	55
5	CONCLUSÃO	60
	REFERÊNCIAS	61

1 INTRODUÇÃO

1.1 CONTEXTUALIZAÇÃO

No Brasil o setor do petróleo apresenta elevada importância na economia do país e as indústrias do ramo são os principais clientes do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo (IPT). Os tubos de perfuração de poço de petróleo, do inglês *drill pipe* são confeccionados de aço API 5DP tratados termicamente, apresentando microestrutura majoritariamente constituída por martensita revenida garantindo elevada dureza ao material.

Como essas tubulações estão em contato com ambientes agressivos e submetidas a diversos esforços é comum a ocorrência de corrosão sob tensão (CST) na qual a trinca é induzida pela combinação entre o ambiente corrosivo e os esforços solicitados mecanicamente.

Assim, o ensaio de tração em baixa taxa de deformação (BTD) é uma forma de teste para selecionar e avaliar, de forma comparativa e rápida, a susceptibilidade de uma liga em determinado meio à corrosão sob tensão, fornecendo parâmetros como tempo necessário para falha e carga. Com o conhecimento desse ensaio entende-se melhor o mecanismo de falha mais comum a esses materiais e as estruturas metálicas.

1.2 OBJETIVOS

Com base na colocação acima, esse trabalho tem como objetivo a verificação da susceptibilidade à corrosão sob tensão do aço API 5 DP grau S135, utilizando o ensaio de tração em baixa taxa de deformação e criar uma rotina para realização regular do mesmo, possibilitando o oferecimento do mesmo como serviço regularmente prestado pelo IPT.

1.3 JUSTIFICATIVA

Os ensaios realizados pelo IPT tem elevado grau de qualidade e muitas empresas clientes do Instituto buscam pelo ensaio de tração em baixa taxa de deformação em especial as relacionadas com a extração de petróleo, assim tornou-se necessário estabelecer uma rotina do ensaio para oferecê-lo aos clientes solicitantes.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 TRINCA ASSISTIDA PELO MEIO

A Trinca assistida ambientalmente, do inglês *Environmentally Assisted Cracking*, fenômeno comumente reconhecido como EAC é uma forma de corrosão localizada, a qual classifica três formas de corrosão, sendo elas (ROBERGE,2000; TALBOLT, 1998 apoud Relatório Técnico 117 915-205):

1. Corrosão sob Tensão (CST);
2. Fragilização por hidrogênio;
3. Corrosão fadiga.

Dessas 3 formas de corrosão, nesse estudo será enfatizada, a CST e uma breve discussão a respeito da fragilização por hidrogênio será realizada. A fragilização por hidrogênio pode ocorrer simultaneamente com a CST, em especial para meios de ensaios ácidos. A detecção da fragilização por hidrogênio e a sua diferenciação com a CST é difícil (CONTRERAS; ALBITER; PÉREZ, 2005).

A EAC é o fenômeno que ocorre quando uma falha surge devido à interação entre o ambiente e a tensão aplicada originando uma fratura de característica frágil (ASTM G193, 2003). O entendimento desse fenômeno está relacionado a três áreas do conhecimento sendo elas mecanismo de fratura, química e a ciência dos materiais (HERTZBERG,1995).

Alguns modelos são utilizados para explicar o fenômeno da EAC, intimamente relacionado a corrosão sob tensão. Um ou mais desses modelos precisam ocorrer simultaneamente para o fenômeno da EAC acontecer. Os modelos mais comuns são (DIFFERENT TYPES OF CORROSION, 2011; CORROSIONPEDIA, 2017):

- A. Ruptura de filme: a tensão aplicada é responsável por romper o filme passivo criando uma célula eletrolítica, uma nova camada passiva é formada e novamente rompida pela tensão, continuando o ciclo.
- B. Adsorção: Elementos químicos são adsorvidos na superfície de fratura reduzindo a tensão crítica de fratura.
- C. Fragilização por hidrogênio: o hidrogênio atômico se difunde até alcançar a ponta da trinca diminuindo a tensão de fratura.
- D. Caminho ativo: compostos e/ou intermetálicos são formados em caminhos já existentes como contornos de grão, tornando a estrutura mais propensa à propagação de trincas.

2.2 CORROSÃO SOB TENSÃO

A corrosão sob tensão (CST) é um processo de trincamento que difere da corrosão, comumente conhecida, por ocorrer em pontos localizados (ROSA, 2002) e por necessitar da combinação de três fatores, são eles (GENTIL, 1994):

- Tensão aplicada;
- Material susceptível;
- Meio corrosivo.

Como dito por Silva (2012), a CST é um fenômeno de difícil detecção e que pode ocorrer sem que nenhum dos fatores seja crítico. Assim, não há o reconhecimento do evento no início. Esse apenas é notado com o crescimento da trinca ou fratura do componente.

De modo geral, as tensões aplicadas aos materiais em serviço apresentam valor inferior do que o limite de escoamento (tensões a partir de 50% do regime elástico podem ocasionar CST), podendo ser de origem externa (esforços de tração) ou tensões residuais proveniente das etapas de processamento do material (mais comum na CST) (GEMELLI, 2001; COELHO, 2013; JONES, 2003).

O material também é fundamental para a avaliação da corrosão sob tensão, já que a presença de determinadas fases são mais suscetíveis a determinados ambientes do que em outros, assim como a composição, processamento e tratamento térmico sofrido pelo material durante o processo produtivo também afetam a susceptibilidade a CST (COELHO, 2013). A susceptibilidade a CST de uma liga aumenta à medida que a dureza, relacionada à presença de fases como a martensita (superiores a 22 HRC), e a tensão de escoamento aumentam (CONTRERAS; ALBITER; PÉREZ, 2005; NACE MR 0175).

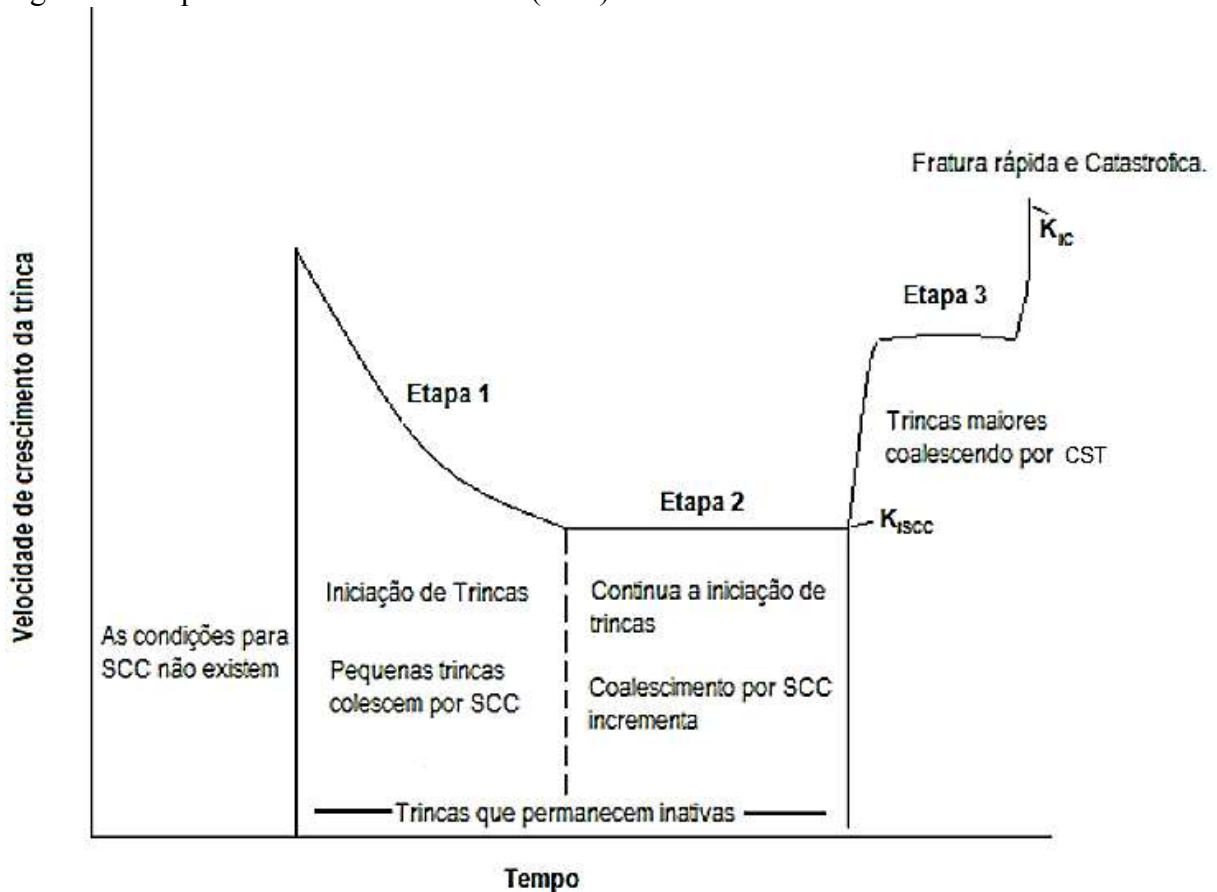
Os principais meios corrosivos são aquosos e parâmetros como concentração de espécie (hidrogênio, íons cloro, e outros) em solução, temperatura e grau de aeração podem fazer a diferença na susceptibilidade a CST. É importante salientar que um meio de ensaio pode ocasionar a susceptibilidade a CST em determinada liga e para outra liga ou em diferentes condições de ensaio tal fenômeno passe a não ocorrer (COELHO, 2013).

Assim, diversas combinações podem ser realizadas para prever qual a susceptibilidade do material a corrosão sob tensão.

Na corrosão sob tensão as trincas são nucleadas e propagam-se lentamente pela indução do ambiente. Essas trincas apresentando origem superficial na forma de corrosão localizada (SILVA, 2012), e se propagando da direção perpendicular ao esforço aplicado (SÁ, 2015;

JONES, 2003; COELHO, 2013; CONTRERAS, ALBITER, PÉREZ, 2005). As etapas para que ocorra a corrosão sob tensão, são apresentadas na Figura 1.

Figura 1 - Etapas da corrosão sob tensão (CST).



Fonte: COELHO (2013).

As etapas descritas na Figura 1 podem ser explicadas como (COELHO, 2013; JONES, 2003; Ballesteros, 2009):

Etapa 1: A tensão aplicada age rompendo os filmes protetores do metal, fazendo com que o material perca a camada passiva, formação de ponto de ataque (corrosão localizada). Essa etapa está mais relacionada aos fenômenos eletroquímicos do que aos mecânicos;

Etapa 2: A trinca apresenta velocidade de propagação constante;

Etapa 3: A partir do K_{ISCC} (limite de sensibilidade para que ocorra CST) a velocidade de propagação da trinca aumenta até alcançar o valor crítico ocasionando fratura.

Alguns parâmetros são capazes de influenciar no crescimento e velocidade de propagação da trinca. Dentre eles se destacam: temperatura, pressão, compostos dissolvidos sua

concentração em solução, pH, viscosidade, potencial eletroquímico e agitação (COELHO, 2013; JONES, 2003).

Como dito por Gemelli (2001) a tensão, na corrosão sob tensão, é concentrada na ponta da trinca e a relação entre comprimento e abertura da trinca é maior do que cem vezes. Tal fato, implica que durante a propagação da trinca as paredes dessa não sofrem corrosão e nem deformação plástica significativa.

Algo a se ressaltar é que a presença de hidrogênio pode fragilizar o material. A fragilização geralmente ocorre nas mesmas fases cristalinas que a CST, como a martensita presente no material de estudo. Como comentado na Norma NACE TM 0177 a presença de bolhas na superfície da amostra durante o ensaio pode ser indício da ocorrência do fenômeno de fragilização por hidrogênio. Pequenas concentrações de hidrogênio (relacionadas ao pH da solução teste) no meio de ensaio são suficientes para causar tal fenômeno. É importante salientar que a corrosão sob tensão difere da fragilização por hidrogênio, porém em estruturas com elevada resistência não há método de diferenciar esses dois mecanismos por uma análise fractográfica pois ambas apresentam mecanismo de fratura semelhantes (fratura intergranular) (CONTRERAS; ALBITER; PÉREZ, 2005; RELATÓRIO TÉCNICO 144 928-205). Outro fato importante é que tanto a fragilização por hidrogênio como a corrosão sob tensão dependem de parâmetros de ensaio como pH e temperatura, de modo geral quanto mais elevada a temperatura maior a susceptibilidade do material a esses eventos (SILVA, 2012). A susceptibilidade do material ensaiado a esses fenômenos pode ser alterada variando a temperatura de ensaio.

Como ressaltado por Cramer e Covino (apoud COELHO, 2013, p.15), há diversos ensaio para determinar a susceptibilidade a CST. Sendo classificados em 3 categorias: carregamento estático com amostra íntegra, carregamento estático com amostra pré-trincada (entalhe) e testes com deformações lentas. A última categoria é a que se enquadra o ensaio de tração a baixa taxa de deformação utilizada nesse estudo. O ensaio em questão pode ser realizado tanto com amostras íntegras como amostras entalhadas. As amostras íntegras servem para avaliar a exposição do material ao carregamento, enquanto que o entalhe serve como concentrador de tensão e direciona a propagação da trinca (JUNIOR, 2010). Este trabalho visa à utilização desses dois tipos de amostra.

2.3 ENSAIO DE TRAÇÃO EM BAIXA TAXA DE DEFORMAÇÃO

O ensaio de tração a baixa taxa de deformação, ou do inglês *slow strain rate test* (SSRT), é um dos métodos para avaliar de forma rápida a susceptibilidade à corrosão sob tensão e a EAC de determinada liga (JONES, 2003; COELHO, 2013; SILVA, 2012).

Tal ensaio é padronizado pelas normas ASTM G129 e NACE TM0177. As normas NACE geralmente são utilizadas para ensaios em meios específicos. Nesse trabalho será utilizada a norma ASTM G129, a qual estabelece que os corpos de prova devem obedecer às especificações contidas na norma ASTM E8 e a taxa de deslocamento deve estar entre 10^{-3} a 10^{-6} mm/s que possibilita a avaliação dos 3 fatores determinantes a CST (material, meio e tensão trativa aplicada). A baixa taxa de deslocamento é o diferencial em relação ao ensaio tração convencional (SANTOS, 2014). Seguindo a norma ASTM G129 o ensaio deve ser finalizado após o rompimento do corpo de prova. Segundo SILVA (2012) o ensaio de tração em baixa taxa de deformação é o mais agressivo dos ensaios utilizados na verificação da susceptibilidade à corrosão sob tensão, pois nesse ensaio o corpo de prova é carregado com tensões superiores ao limite de escoamento ocasionando deformações plásticas no material, na prática o material dificilmente será submetido a tensões maiores que o limite de escoamento. Essa tensão excessiva é o que ocasiona a ruptura do corpo de prova. Porém, como vantagens da utilização do ensaio têm-se: facilidade na montagem, curta duração e avaliação dos resultados que são definidos por normas (JONES, 2003).

Por esse ensaio é possível verificar o tempo de falha, a carga e/ou tensão aplicada, a redução de área e o alongamento da amostra (DEMORI, 2011). Pela comparação dos valores obtidos em ensaio realizado em meio de controle (no qual não há susceptibilidade a EAC) como: ar seco, gás inerte, óleo e vácuo, com os valores obtidos em ambientes no qual se buscam determinar a susceptibilidade da CST é possível calcular parâmetros com a taxa de redução de área (RRA), equação (2), dos corpos de prova. Tal parâmetro permite determinar o quão susceptível é a liga à corrosão sob tensão em determinado meio, sendo necessário que o ensaio seja realizado em pelo menos dois meios distintos (COELHO, 2013).

$$RA(\%) = \frac{(D_i^2 - D_f^2) * 100}{D_i^2} \quad (1)$$

$$RRA = \frac{RA_{\text{meio}}}{RA_{\text{ar}}} \quad (2)$$

Quanto menor o valor calculado mais susceptível à CST e a EAC é o material no meio. Considera-se que o material é susceptível a CST se a taxa de redução de área (RRA) for

menor que 0,5. No entanto, se o material apresentar valor de RRA entre 0,8 e 1, este apresenta elevada resistência a CST para as condições ensaiadas (CONTRERAS et al., 2005).

2.3.1 Meios de ensaio

Como já citado, é essencial realizar o ensaio em um meio de controle o qual não se observa corrosão sob tensão a fim de comparar os dados obtidos com os aqueles observados nos diferentes meios de ensaio, para então, verificar a susceptibilidade do material a corrosão sob tensão (COELHO, 2013). Assim, como meio de controle utiliza-se ar, meio no qual o material não apresenta o fenômeno de EAC. Pelo ar ser o meio que rodeia o material, tal fato facilita a preparação do ensaio, sendo amplamente utilizada em diversas referências (BALESTEROS et al., 2010; SÁ, 2015; COELHO, 2013; SANTOS et al., 2013).

A escolha das demais soluções ocorre pela variação do pH, pois a lama, também chamada de fluido de perfuração, utilizada durante o processo de perfuração como lubrificante apresenta variação no pH quando injetada, levemente alcalina, nas coluna de perfuração e quando retornam do poço, geralmente ácida.

Esse fluido apresenta, na maioria das vezes, pH ácido quando estão retornando da perfuração devido a contaminação de H_2S que acontece na maior parte das perfurações de poços de petróleo. A acidez dessa lama enfatiza o processo de corrosão nas ferramentas que estão no poço e em contato com esse fluido, como é o caso dos tubos *drill pipe* (SANTOS M., 2012).

Outro motivo da escolha de uma solução com pH ácido é a maior susceptibilidade a corrosão que os materiais submetidos nesses ambientes estão sujeitos. Tal fenômeno ocorre, muitas vezes, devido a fragilização por hidrogênio, mecanismo que pode ocorrer junto com a corrosão sob tensão em meio ácido e de difícil verificação devido a fácil difusibilidade do hidrogênio (FESSLER, 2007). A solução NACE A foi escolhida pois meios aquosos que contém H_2S são altamente tóxicos necessitando de ambiente de ensaio com sensores específicos e treinamento do operador do ensaio. Assim, a solução NACE A apresenta pH ácido e não apresenta riscos a saúde do operador e pode ser utilizada fora de um ambiente controlado. As estruturas martensíticas são bastante susceptíveis a variação de hidrogênio nas soluções, o que pode ocasionar trincas por fragilização (PHULL, 2003).

A água do mar sintética, foi utilizada como meio alcalino, meio clássico que ocorre corrosão sob tensão (FESSLER, 2007), a fim de realizar comparação dos resultados com o meio ácido. Outro ponto levado em consideração foi à utilização dos tubos *drill pipe* quando

utilizados em plataformas *Offshore*, estando em contato com a atmosfera marinha. Essa consideração é essencial já que a maior parte da extração de petróleo no Brasil ocorre por plataformas *Offshore* (PETROBRAS, 2017). Durante a perfuração o fluido pode entrar em contato com a água do mar e apresentar concentrações de sais às quais podem influenciar na vida útil dos tubos e equipamentos utilizados na perfuração dos poços. Outro fato que levou a escolha da solução de água do mar sintética é a presença de íons cloro, responsáveis pela susceptibilidade a CST em estruturas martensíticas (PHULL, 2003). Porém, as concentrações de íons cloro presentes na solução de água do mar sintética talvez não sejam suficientes para ocasionar CST, já que esse fenômeno também está associado a elevadas temperaturas (superior a 70°C), responsável pela desestabilização da camada passiva (GEMELLI, 2001; FESSLER, 2007) e os ensaios são realizados a temperatura ambiente.

2.4 DRILL PIPE

Drill pipe são os tubos de perfuração que compõem a maior parte da coluna de perfuração de poços de petróleo. Essas tubulações são feitas de aço API 5DP, não apresentam costura e a parte interna apresenta um revestimento polimérico a fim de reduzir o desgaste e os processos de corrosão devido à passagem do fluido de perfuração, minimizando as falhas por *wash out* as quais permitem a liberação do fluido do interior do tubo. Nas extremidades, esses tubos apresentam conexões cônicas soldadas as quais são chamadas de *tool joint* e são essas as quais permitem aumentar a coluna de perfuração, garantindo flexibilidade e a extração de petróleo em poços profundos como é o caso das reservas do pré-sal onde as colunas de perfuração podem medir 9000m (PETROBRAS, 2017). Essas tubulações são classificadas em diferentes graus devido a variações das propriedades mecânicas. A tubulação utilizada neste trabalho é de grau S 135. A comparação entre as propriedades dos diferentes graus dos tubos pode ser realizada observando a **Erro! Fonte de referência não encontrada..**

Tabela 1 - Classificação dos tubos de perfuração.

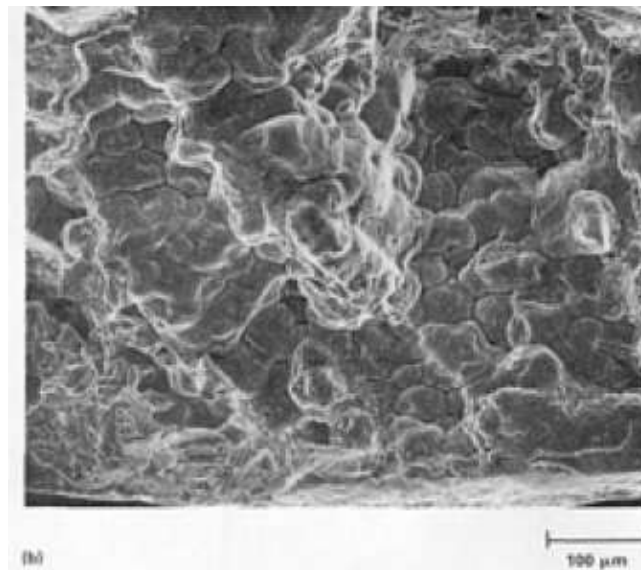
Grau do API	E 75	X 95	G 105	S 135
Resistência ao escoamento mínimo [MPa]	517	655	724	931
Resistência ao escoamento máximo [MPa]	724	862	931	1138
Resistência a tração mínima [MPa]	689	724	793	1000

Fonte: Specification for drill pipe.

2.5 MICROFRACTOGRAFIA

Os aspectos de fratura comumente encontrados na CST pela microfractografia utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV) são: fratura intergranular e transgranular/clivagem. Ambas caracterizadas como fraturas frágeis, tais mecanismos ocorrem, pois os compostos presentes na solução são difundidos para a ponta da trinca reduzindo a energia de fratura, fragilizando o material. A fratura intergranular, é o mecanismo de fratura comum entre corrosão sob tensão e fragilização por hidrogênio (CONTRERAS; ALBITER; PÉREZ, 2005; RELATÓRIO TÉCNICO 144 928-205), nesse tipo de superfície de fratura é possível observar os grãos de forma definida, já que a trinca se propaga por entre seus contornos (FORTE, 2013; ZOLIN, 2011), local que apresenta maior energia e susceptibilidade ao processo de corrosão. O modo de falha é semelhante ao da Figura 2.

Figura 2 - Fratura intergranular por CST.



Fonte: Kerlins (1987).

As fraturas transgranular, por dimples e clivagem, ocorrem quando a trinca se propaga dentro dos grãos ou em planos cristalográficos preferenciais no interior desses (FORTE, 2013; ZOLIN, 2011). Já para ensaios em que não há as condições necessárias para a susceptibilidade a corrosão sob tensão a superfície de fratura terá característica bem próximas aquelas apresentadas pelo material ensaiado no meio de controle, não ocorrendo fragilização nem CST do material e a fatura será caracterizada com dúctil, apresentando dimples,

microestruturas alveolares (microcavidades) formadas na superfície de fratura que podem determinar a direção da carga aplicada (MORAIS et al, 2014; Forte, 2013).

A fragilização por hidrogênio influencia no modo de fratura, dependendo do fator de intensificação da tensão (K), parâmetro responsável por caracterizar o campo de tensão próximo a uma descontinuidade ou na região da ponta da trinca. Assim, quanto menor o K a fratura tende a ser intergranular, para valores intermediários de K o mecanismo de fratura é quase-clivagem e para K elevado observa-se a presença de dimples (BEACHEM apoud HERTZBERG, 1995, p. 492).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização do ensaio foram confeccionados 9 corpos de prova (CP) íntegros e 6 corpos de prova entalhados, a partir de tubos de perfuração de petróleo de API 5DP grau S 135 (*drill pipe*).

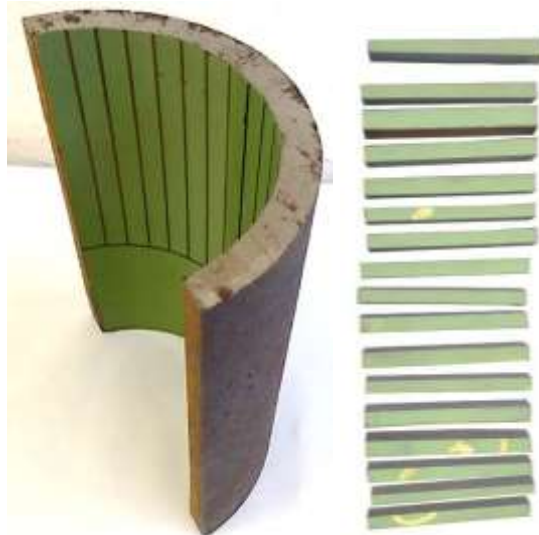
A composição do material obedece às especificações da norma API sendo um aço baixa liga contendo cromo e molibdênio e teores de fósforo e enxofre adequados à especificação da norma internacional, apresentando valores menores do que 0,02 e 0,015 respectivamente.

Os tubos no momento do processamento são termicamente tratados pelos processos de tempera e revenimento, apresentando uma microestrutura majoritariamente constituída por martensita revenida quando atacado com nital 2%.

3.1 A OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Para a obtenção dos corpos de prova uma das partes da seção reta do tubo foi cortada com o auxílio da serra automática Starrett[®] que teve sua velocidade de corte ajustada para 40 m/min os corpos de prova foram retirados no sentido longitudinal da tubulação.

Figura 3 - Drill Pipe marcado para corte e seções retas para usinagem.

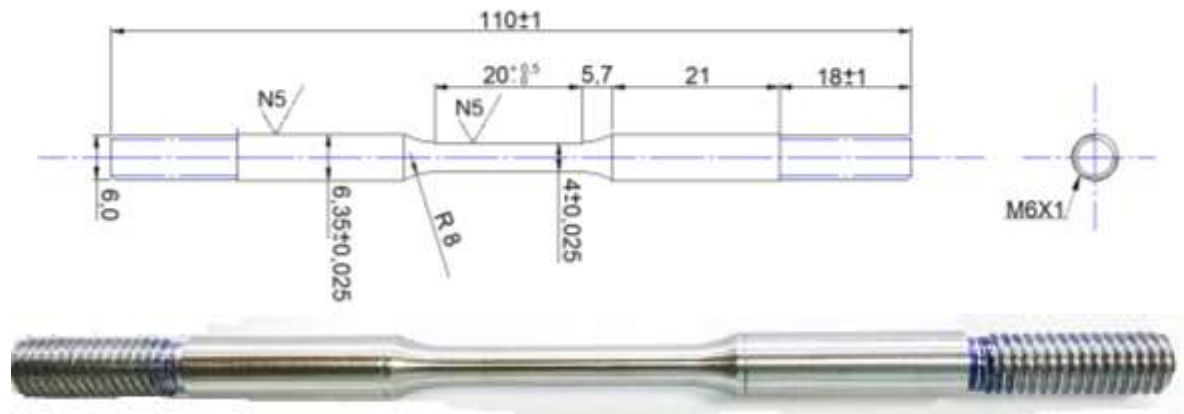


Fonte: Próprio autor.

Após o corte em seções retangulares as amostras foram encaminhadas para a usinagem, onde se retirou o revestimento interno polimérico e confeccionou os corpos de prova que estão de acordo com o esquema apresentado na Figura 4 – Esquema e corpo de prova

utilizado na realização do ensaio BTDC com amostra íntegra. Figura 4 obedecendo às especificações da norma ASTM G129 e ASTM E8 para corpos de prova *sub-size* medida utilizada devido à espessura do tubo não permitir confeccionar corpos de prova do tamanho padrão.

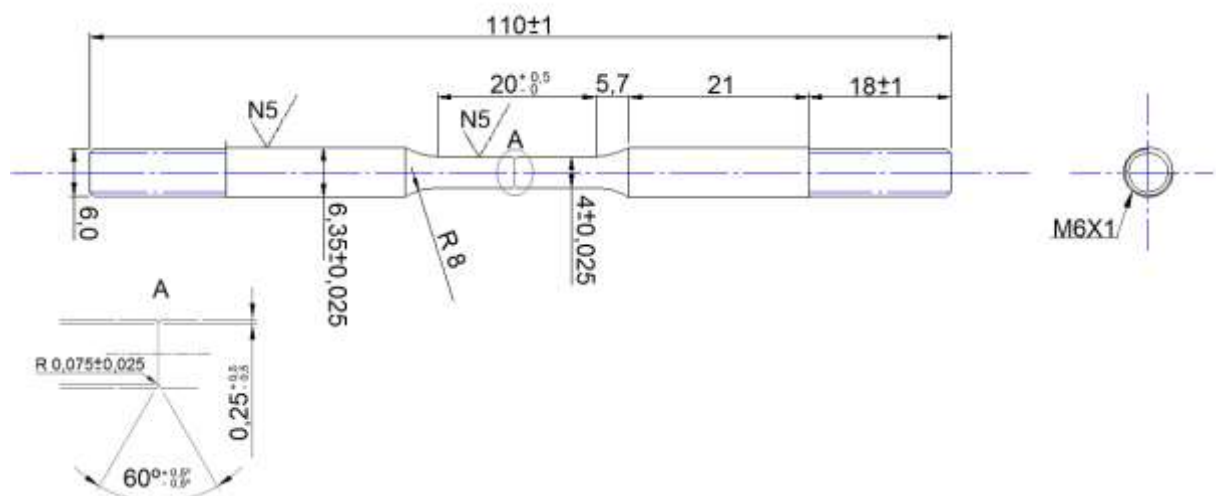
Figura 4 – Esquema e corpo de prova utilizado na realização do ensaio BTDC com amostra íntegra.



Fonte: Próprio autor.

As amostras apresentando entalhe conforme o esquema da Figura 5. Figura 5 - Esquema do corpo de prova com entalhe utilizado na realização do ensaio BTDC. seguem a norma ASTM E8 e NACE TM 0111 e foram confeccionados a fim de analisar o efeito do entalhe nos resultados de ensaio.

Figura 5 - Esquema do corpo de prova com entalhe utilizado na realização do ensaio BTDC.



Fonte: Próprio autor.

Durante o processo de corte e usinagem utilizou-se fluido refrigerante a fim de minimizar o efeito térmico nas amostras.

3.2 ENSAIO DE DUREZA

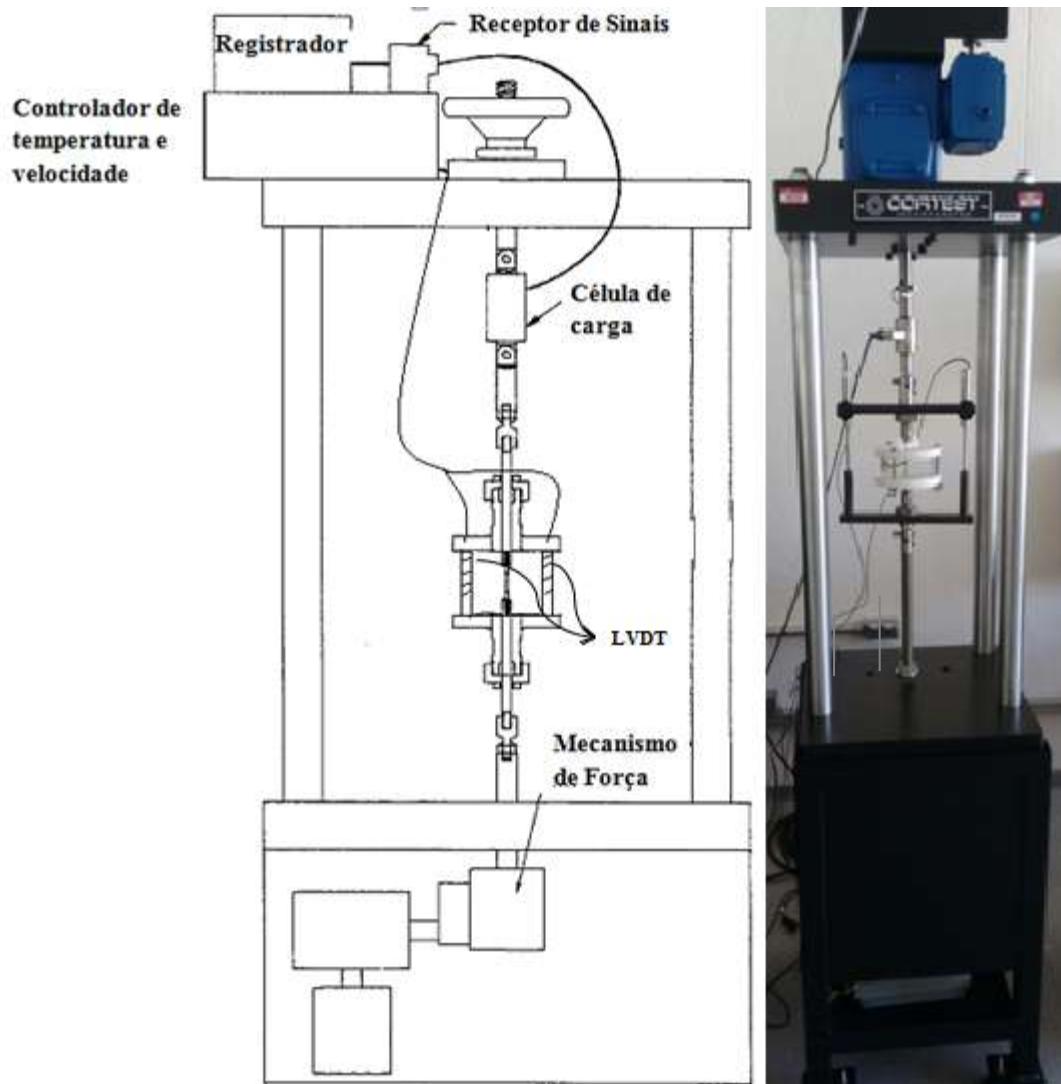
Para verificar o valor da dureza na escala rockwell C do material, realizou-se 5 medidas utilizando do durômetro Wilson Hardness com pré-carga 10 kgf e carga aplicada de 150kgf e penetrador de diamante cônico.

3.3 O ENSAIO A BAIXA TAXA DE DEFORMAÇÃO

Os corpos de prova são colocados em um banho ultrassônico com acetona durante 20 minuto a fim de retirar possíveis resíduos do processo de manuseio e fabricação. Após esse processo deteve-se o cuidado de só manusear os mesmos utilizando luvas. Com os corpos de prova limpos o valor do diâmetro inicial (D_i) é medido com auxílio de um micrometro para os não entalhados e com auxílio da máquina de medida de coordenada óptica do fabricante Micro-vu modelo Vertex 220 para os entalhados. O comprimento inicial (L_i) com auxílio de um paquímetro. Com as medidas realizadas, o corpo de prova é acoplado na máquina para assim iniciar o ensaio. Os ensaios são realizados em triplicata, ou seja, em cada meio três corpos de prova são ensaiados, como forma de comprovar os resultados obtidos e certificar o ensaio para utilizações futuras.

A máquina servomecânica utilizada para realizar o ensaio é da marca CORTEST com o software de aquisição de dados CERT, que pode ser utilizada para realizar diferentes testes entre eles o ensaio de tração a baixa taxa de deformação, o maquinário apresenta três componentes principais sendo eles: célula de carga com capacidade máxima de 4500kgf, sensores para medida de deslocamento do tipo transformadores lineares diferenciais variáveis (LVDT, do inglês “*Linear Voltage Diferencial Transducer*”) e sistema de aquisição de dados. Na Figura 6 observa-se o maquinário utilizado para ensaio.

Figura 6 - Esquema e foto maquinário utilizado no ensaio BTB.



Fonte: ASTM G129-00, 2013. Modificado pelo próprio autor e próprio autor.

A identificação dos corpos de prova e o meio de ensaio são informados na Tabela 2.

Tabela 2 - Identificação dos corpos de prova e meios de ensaio.

Identificação do Corpo de Prova	Meio de Ensaio
DP 1	Ar
DP 2	Ar
DP 3	Ar
DP 4	Solução de água do mar sintética
DP 5	Solução de água do mar sintética
DP 6	Solução de água do mar sintética
DP 7	Solução NACE A

DP 8	Solução NACE A
DP 9	Solução NACE A
DPE1	Ar
DPE2	Ar
DPE3	Ar
DPE7	Solução NACE A
DPE8	Solução NACE A
DPE9	Solução NACE A

Fonte: Próprio autor.

A identificação dos corpos de prova foi realizada com a sigla DP, a qual significa *drill pipe*, mais o número da amostra. Já para as amostras entalhadas, a sigla ficou DPE. Sendo que a letra E é responsável por identificar a presença do entalhe.

Com o arranjo do ensaio montado, aplica-se uma pré-carga de 100 kgf a fim de retirar folgas do sistema e padronizar a carga inicial. A taxa de deformação aplicada durante o ensaio é constante e igual a 1.10^{-4} mm/s. Os ensaios são finalizados com a ruptura do corpo de prova, as partes fraturadas são banhadas em ultrassom com álcool por 20 minutos, as medidas do diâmetro final (D_f) e o comprimento final (L_f) são obtidos com auxílio de um estereoscópio da marca Leica modelo M205C.

3.3.1 Os meios de ensaio

Os meios utilizados para o ensaio foram o ar, como ambiente de controle e aquele que será considerado para comparação dos demais ensaios. Os meios aquosos são: solução padronizada pela norma NACE TM 0177 a qual se nomeou como NACE A e a solução de água do mar sintético com as composições determinada norma ASTM D 1141. Ambas as soluções foram preparadas no próprio Instituto na quantidade de dois litros por vez. Suas respectivas formulações são informadas nas Tabela 3 e Tabela 4.

Tabela 3 - Composição solução NACE A.

Reagente	Quantidade [g]
NaCl (cloreto de sódio)	100
CH ₃ COOH (ácido acético)	10
H ₂ O (água deionizada)	1890

Fonte: Próprio autor, seguindo norma NACE TM 0177.

Tabela 4 - Composição solução água do mar sintética.

Solução Zero (Em 40 ml de água deionizada)	
MgCl ₂ .H ₂ O (cloreto de magnésio)	22,224 g
CaCl ₂ (cloreto de cálcio)	2,316 g
SrCl ₂ .6H ₂ O (cloreto de estrôncio)	0,084 g
Solução Um (Em 20 ml de água deionizada)	
KCl (cloreto de potássio)	1,39 g
NaHCO ₃ (bicarbonato de sódio)	0,402 g
KBr (brometo de potássio)	0,2 g
H ₃ BO ₃ (ácido bórico)	0,054g
NaF (fluoreto de sódio)	0,006 g
Solução Padrão (Em 2l de água)	
NaCl (cloreto de sódio)	49,068 g
Na ₂ SO ₄ (sulfato de sódio anidro)	8,188 g

Fonte: Próprio autor, seguindo norma ASTM D 1141.

O pH das soluções foi aferido com auxílio de um pHmetro da marca Digined DM-21 a 25°C, quando necessário foram utilizadas soluções padrão de NaCl e HCl para realizar o ajuste do pH como estabelecido pelas normas. O pH da solução NACE A aferido foi 2,801 e da solução de água do mar sintética foi 8,295.

3.3.2 O tratamento dos dados obtidos durante o ensaio de tração em baixa taxa de deformação

Os dados adquiridos durante o ensaio, são tratados a fim de confeccionar gráficos de tensão aplicada por alongamento, esses gráficos são formas de verificar alguma mudança no comportamento do material quando ensaio em diferentes meios. Para tal, utiliza-se o software Excel como ferramenta de tratamento e análise de dados.

A carga medida pela célula do ensaio é medida em kgf e deve ser transformada para tensão em MPa, e deformação deve ser calculada em porcentagem de alongamento. Para tais transformações as equações 3 e 4 são utilizadas:

$$\text{Tensão}_{\text{MPa}} = \frac{(\text{Carga}_{\text{kgf}} * 9,80665)}{\text{seção da área circular}_{\text{mm}^2}} \quad (3)$$

$$\% \text{ Alongamento} = \frac{\text{Média dos valores dos extensômetros (LVDT's)}}{\text{Comprimento inicial da área útil do corpo de prova}} \quad (4)$$

Após o ensaio é possível pelas equações 1 e 2, expostas anteriormente, verificar a taxa de redução de área (RRA) a qual permite analisar o quão susceptível é o material nas condições de ensaio à corrosão sob tensão.

3.4 CARACTERIZAÇÕES DA SUPERFÍCIE DE FRATURA

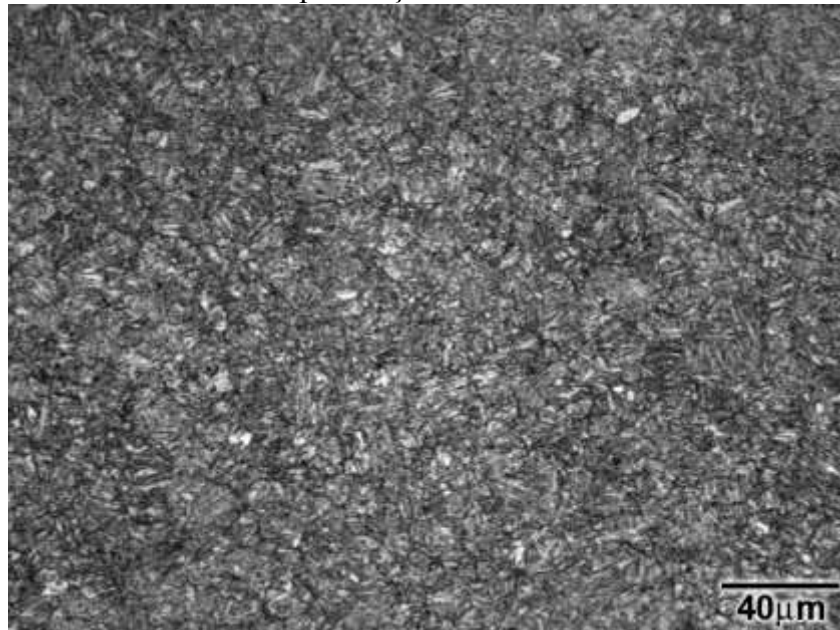
As regiões fraturadas após o banho de ultrassom são analisadas com auxílio do microscópio eletrônico de varredura (MEV) no IPT, sob diversas ampliações de modo a identificar os mecanismos de fratura e com o auxílio do estereoscópio observar a presença de trincas secundárias se existentes e a origem da fratura.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS

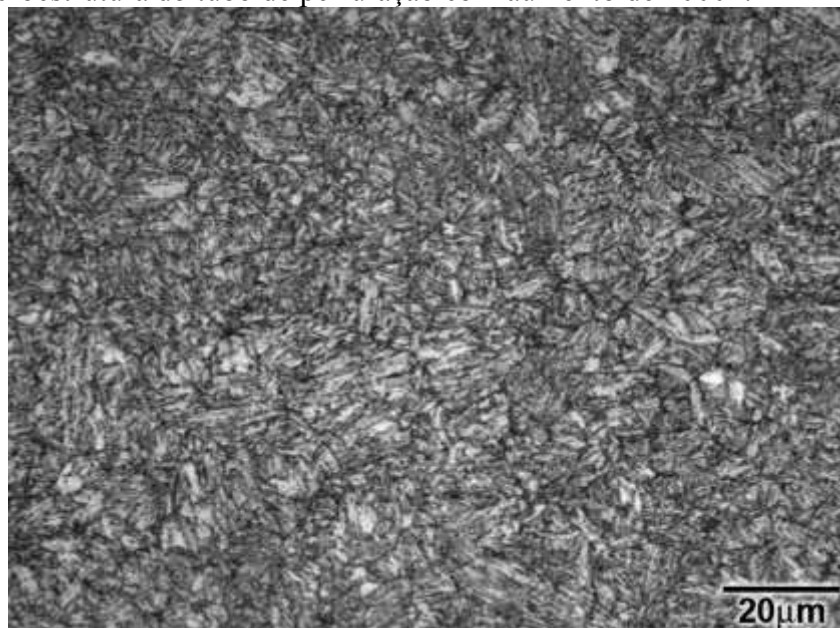
Como pode ser observado nas figuras 7 e 8 o material apresenta microestrutura majoritariamente constituída por martensita revenida quando atacado com nital 2%.

Figura 7 - Microestrutura do tubo de perfuração com aumento de 500x.



Fonte: Próprio autor.

Figura 8 - Microestrutura do tubo de perfuração com aumento de 1000x.



Fonte: Próprio autor.

As medidas de dureza confirmam a presença de uma microestrutura de elevada dureza como a martensita, o valor de dureza obtido foi de 28 ± 1 HRC.

Como já citado anteriormente a resistência à corrosão é limitada para materiais que apresentam dureza superior a 22HRC. Assim, o *drill pipe* deve apresentar susceptibilidade a corrosão sob tensão quando submetido aos diferentes meios de ensaio.

4.2 TRAÇÃO EM BAIXA TAXA DE DEFORMAÇÃO PARA AMOSTRAS ÍNTEGRAS

Para fim de comparação, os resultados obtidos durante o ensaio estão na Tabela 5 e as imagens dos corpos de prova após a fratura estão na Figura 9.

Figura 9 - Corpos de prova após ensaio.



Fonte: Próprio autor.

Tabela 5 - Resultados do ensaio de tração em baixa taxa de deformação das amostras íntegras.

CP	Meio	L_i [mm]	D_i [mm]	L_f [mm]	D_f [mm]	RA(%)	RA médio [%]	RRA	ΔL [%]	ΔD [%]
DP 1	AR	25,4	4,013	27,865	2,373	65,033	63,591	1,000	9,705	40,867
DP2	AR	24,35	4,06	28,623	2,452	63,540			17,548	39,618
DP3	AR	24,5	3,993	30,334	2,455	62,199			23,812	38,517
DP4	H2O MAR	23,8	3,973	29,252	2,403	63,418	61,514	0,967	22,908	39,517
DP5	H2O MAR	24,3	3,996	29,739	2,521	60,207			22,383	36,918
DP6	H2O MAR	25	4,007	31,772	2,505	60,918			27,088	37,484

DP7	NACE A	25	4,01	28,507	3,459	25,615			14,028	13,753
DP 8	NACE A	25,1	4,023	29,041	3,563	21,561	21,651	0,340	15,701	11,434
DP 9	NACE A	25,3	4,017	27,697	3,643	17,777			9,474	9,323

Fonte: Próprio autor.

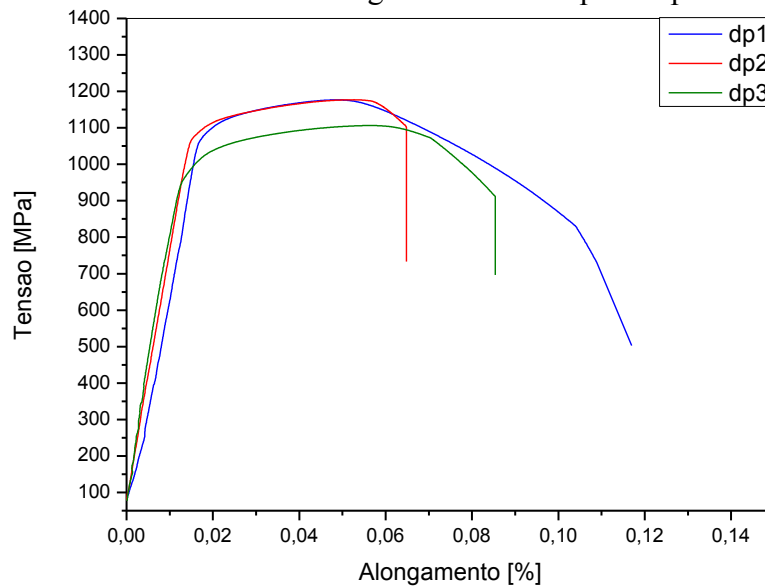
Como resultados do ensaio de tração em baixa taxa de deformação para avaliar a susceptibilidade à corrosão sob tensão, tem-se que os corpos de prova ensaiados em ar não apresentaram mudança na coloração superficial, sendo que os ensaiados nas soluções de água do mar sintética e NACE A apresentaram alteração na coloração superficial, em especial os ensaiados nesta última solução que apresentaram coloração escura na superfície dos corpos de prova em contato com a solução. A mudança na coloração superficial dos corpos de prova indica que os ambientes alteram e interagem com o material (corrosão).

Pelos valores de taxa de redução de área (RRA) verifica-se a não susceptibilidade à CST para os corpos de prova ensaiados em solução de água do mar sintética (DP 4, 5 e 6), pois o valor de RRA é muito próximo a 1,00. No entanto, ao analisar a RRA para os corpos de prova ensaiados em solução NACE A (DP 7, 8 e 9) o valor encontrado é inferior a 0,5 indicando susceptibilidade à CST do aço API 5DP grau S 135 em solução NACE A para as condições de ensaio estabelecidas. Com esses dados é necessário avaliar cada superfície de fratura para entender os micromecanismos de fratura atuantes, e os gráficos de tensão x deformação a fim de consolidar a análise dos resultados.

4.2.1 Ar (Meio de Controle)

Na Figura 10 pode-se observar o comportamento dos corpos de prova ensaiados ao ar (DP 1, 2 e 3).

Figura 10 - Gráfico tensão x alongamento dos corpos de prova ensaiados ao ar.

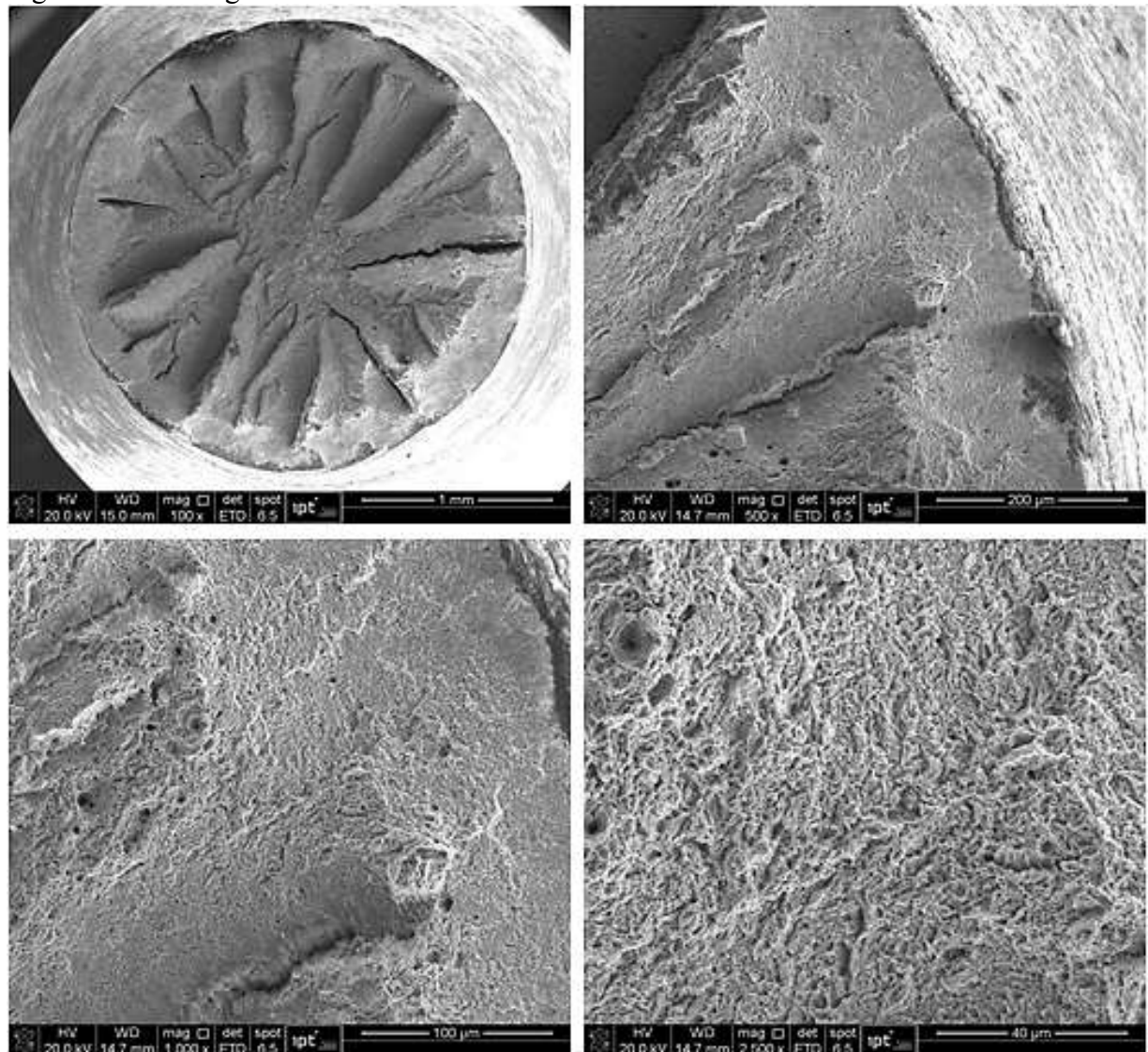


Fonte: Próprio autor.

Ao observar o gráfico da Figura 10 verifica-se variação no alongamento nos diferentes corpos de prova ensaiados. O corpo de prova identificado com DP 2 apresentou menor alongamento que os DP 1 e 3, sendo que o DP 3 apresentou menor tensão suportada de todos. Esses fatos podem estar relacionados à presença de concentradores de tensão no material, como riscos de usinagens, facilitando a propagação da trinca, diminuindo o alongamento do corpo e/ou resistência do corpo de prova.

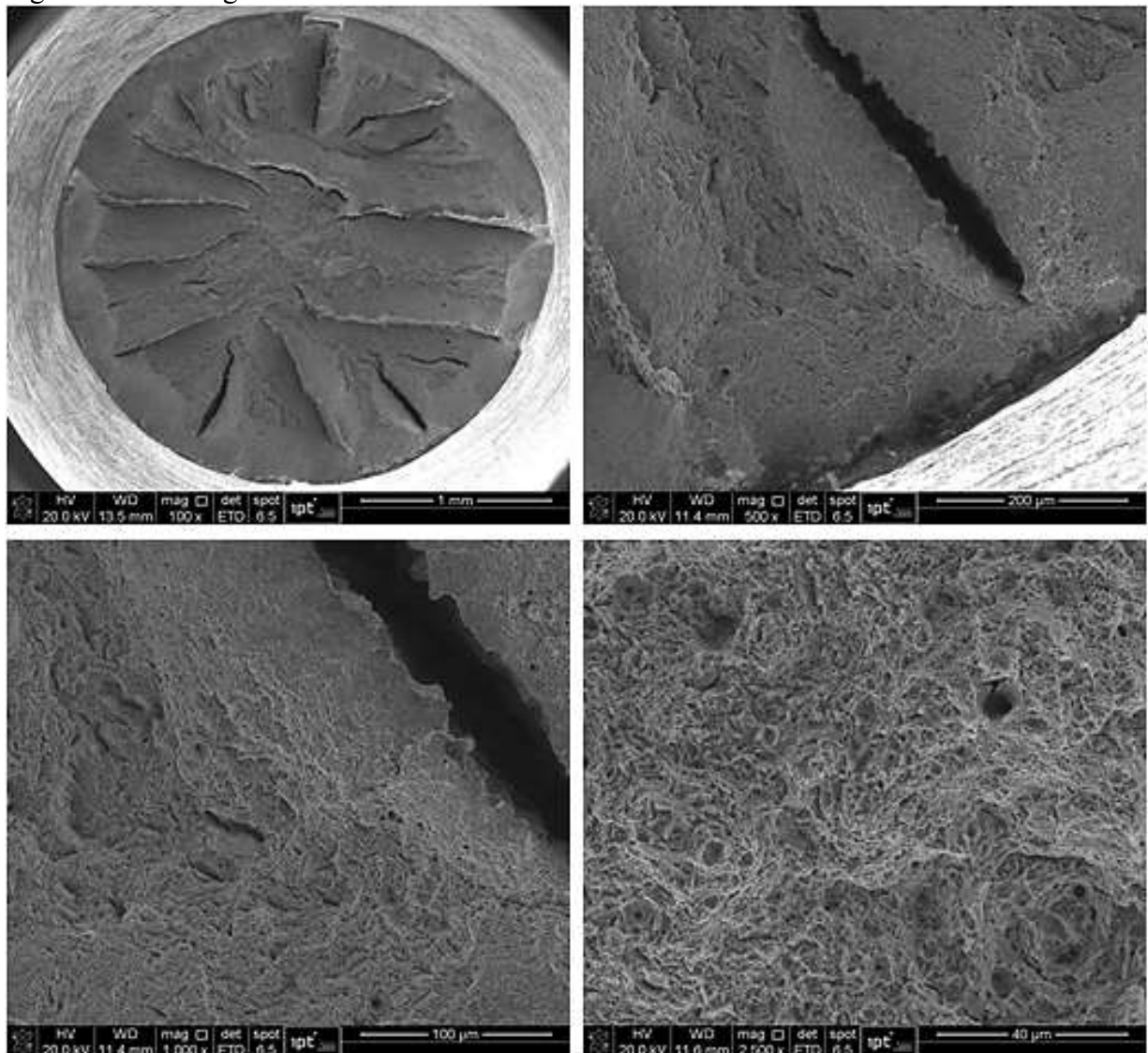
Nas figuras 11, 12 e 13 as fractografias dos corpos de prova ensaiados ao ar são apresentadas:

Figura 11 - Fractografia DP 1.



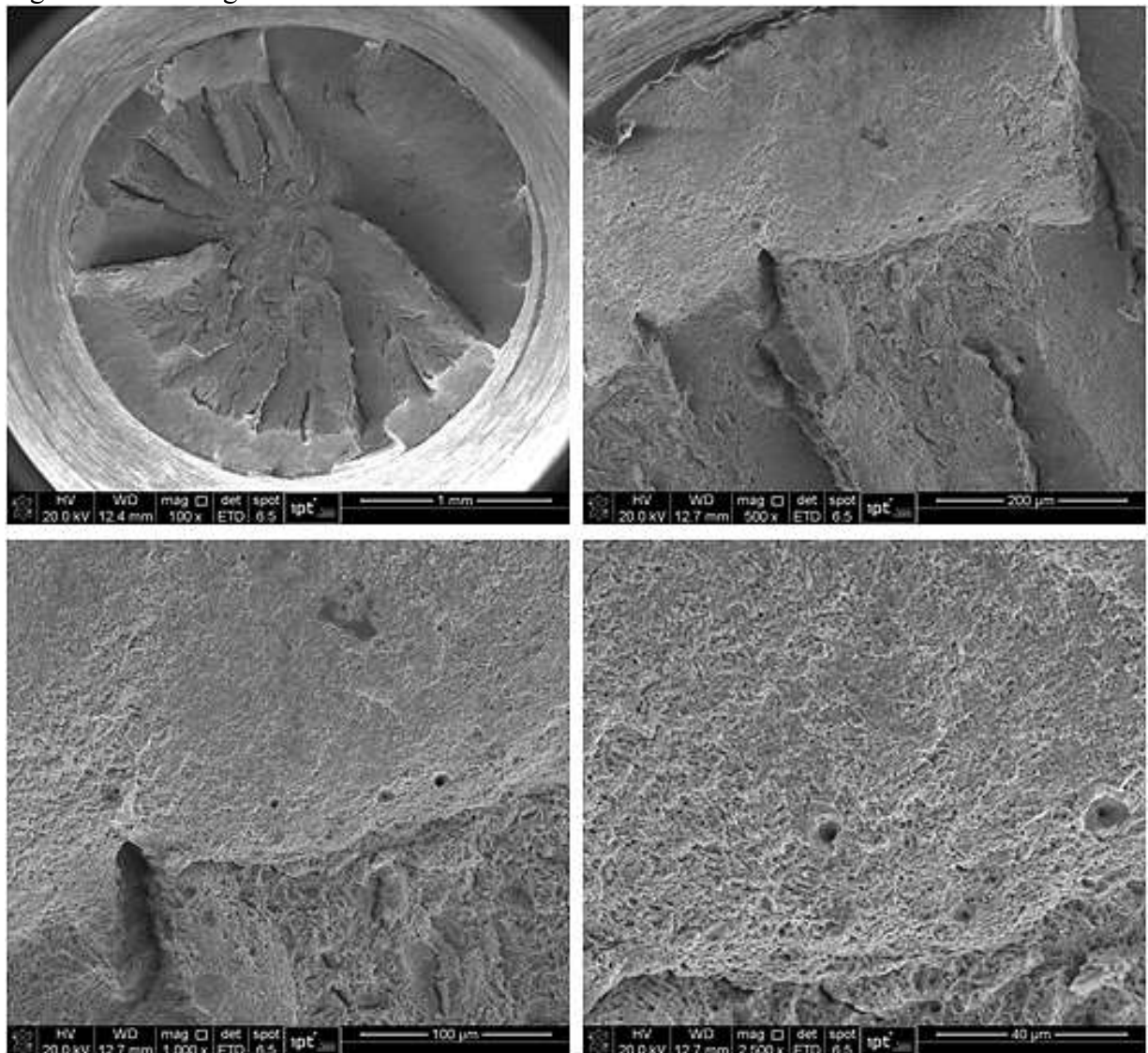
Fonte: Próprio autor.

Figura 12 - Fractografia DP 2.



Fonte: Próprio autor.

Figura 13 - Fractografia DP 3.



Fonte: Próprio autor.

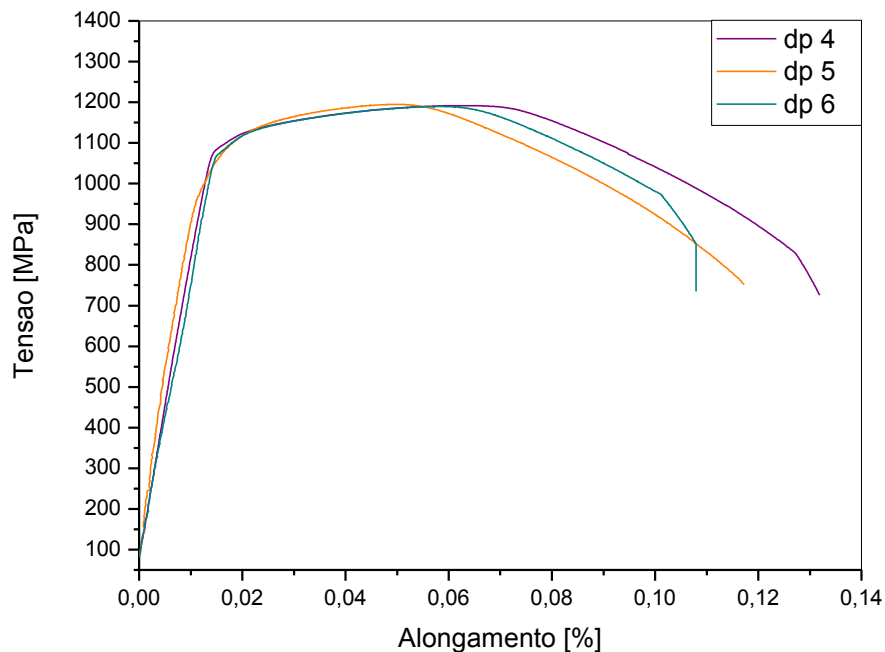
Ao analisar as imagens das figuras 11, 12 e 13 observa-se múltiplas trincas axiais, todos os corpos de prova apresentam o mesmo micro mecanismo de fratura, *dimples*, a presença dessas micro cavidades indica que os corpos de prova romperam de forma dúctil sem que ocorre-se fragilização do material pelo meio.

4.2.2 Água do mar sintética

Os resultados para os ensaios realizados em solução de água do mar sintética não se mostraram muito diferentes daqueles obtidos em ar, a taxa de redução de área (RRA) não foi significativa, fato que evidencia a baixa susceptibilidade à corrosão sob tensão nas condições

de ensaio para o material devido ao valor da taxa de redução de área ser superior a 0,8. Na Figura 14 observa-se o comportamento dos corpos de prova ensaiados em solução de água do mar sintética e o comportamento destes em relação à tensão e alongamento.

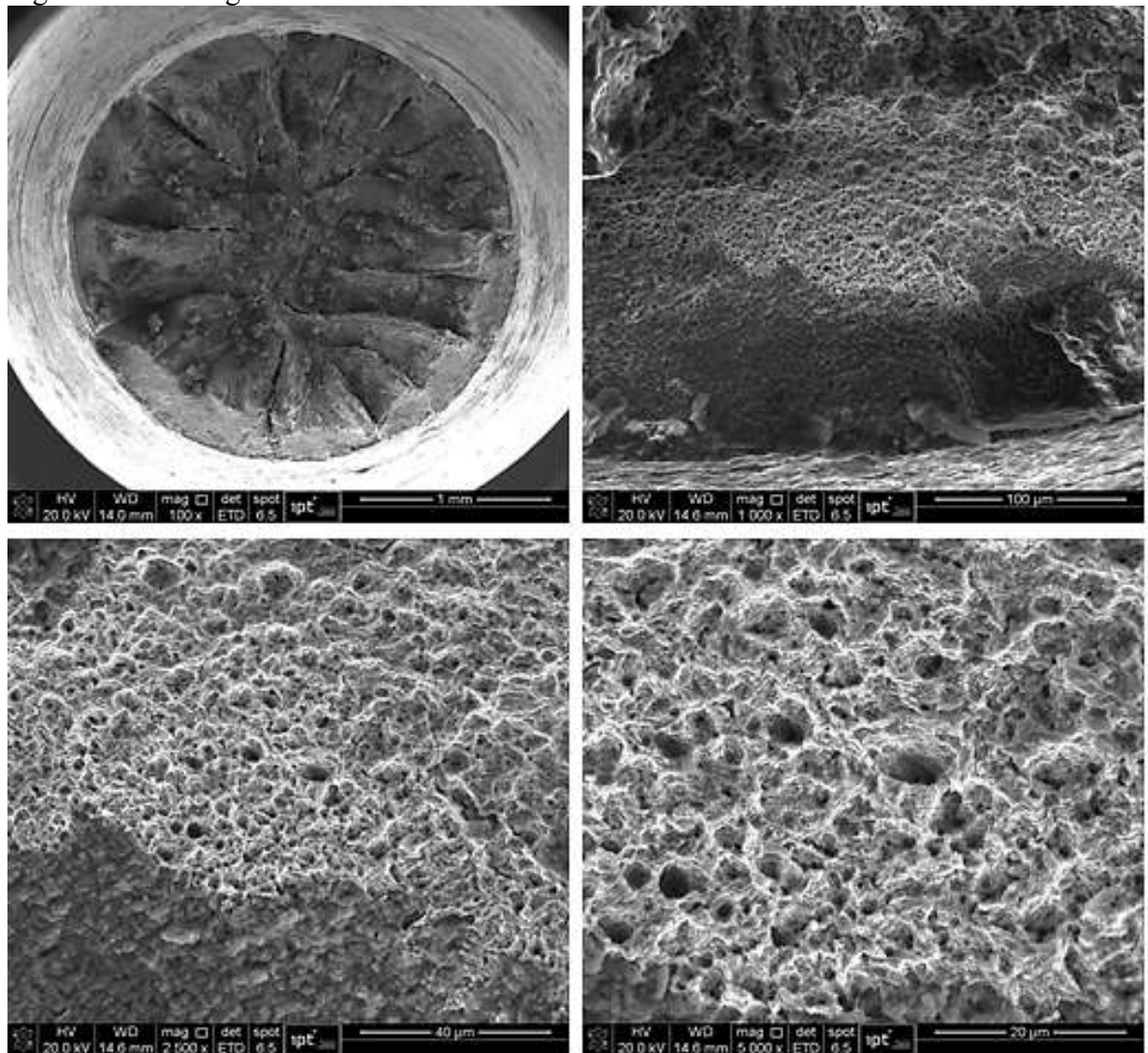
Figura 14 - Gráfico tensão x alongamento dos corpos de prova ensaiados em solução de água do mar sintética.



Fonte: Próprio autor.

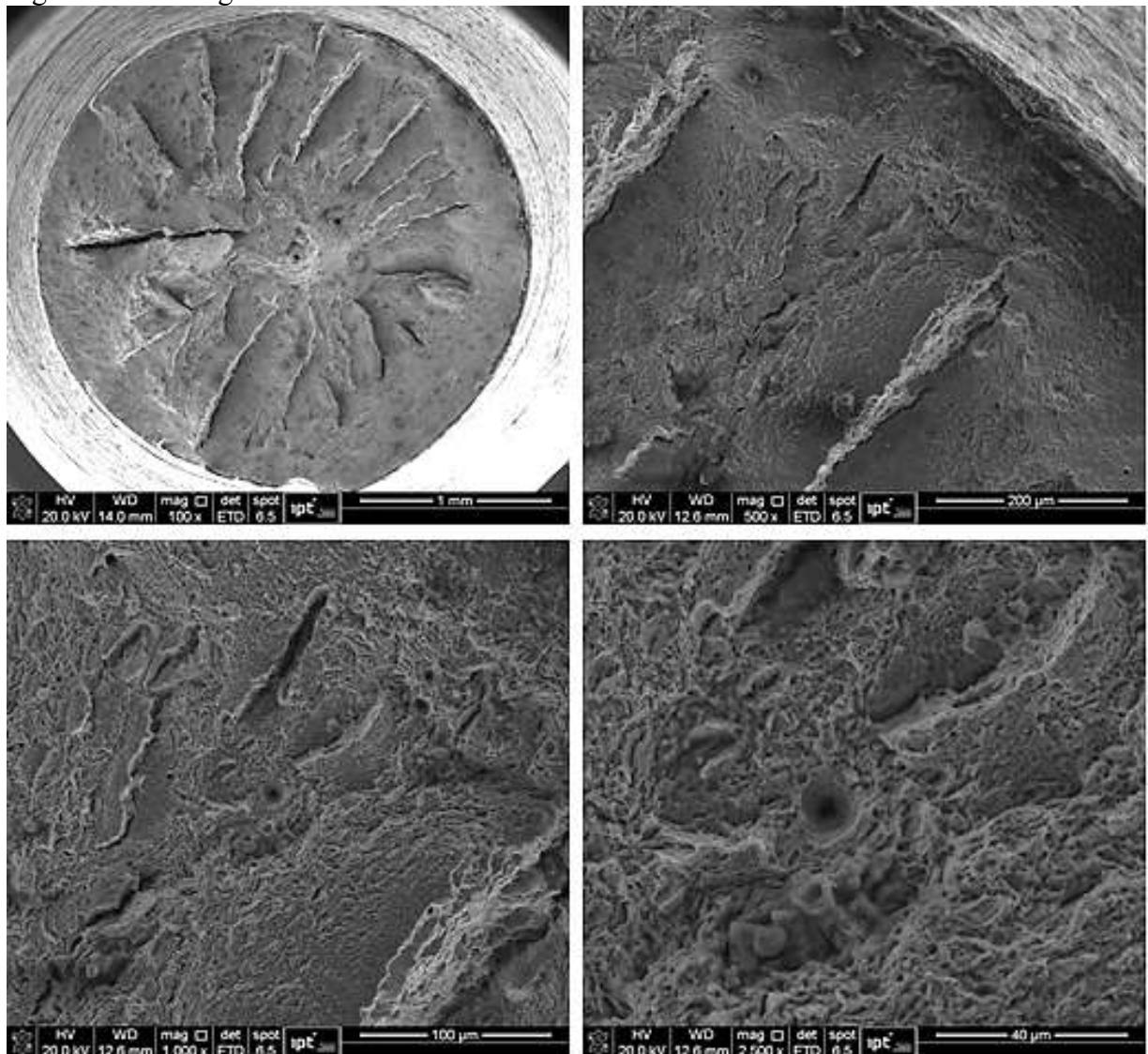
Como pode-se observar na Figura 14 os resultados dos ensaios não apresentaram tanta variação como ao ar, principalmente no valor da tensão suportada pelo material. Pela fractografia será possível verificar se houve algum micro mecanismo que difere daquele já encontrados nos corpos de prova ensaiados ao ar.

Figura 15 - Fractografia DP 4.



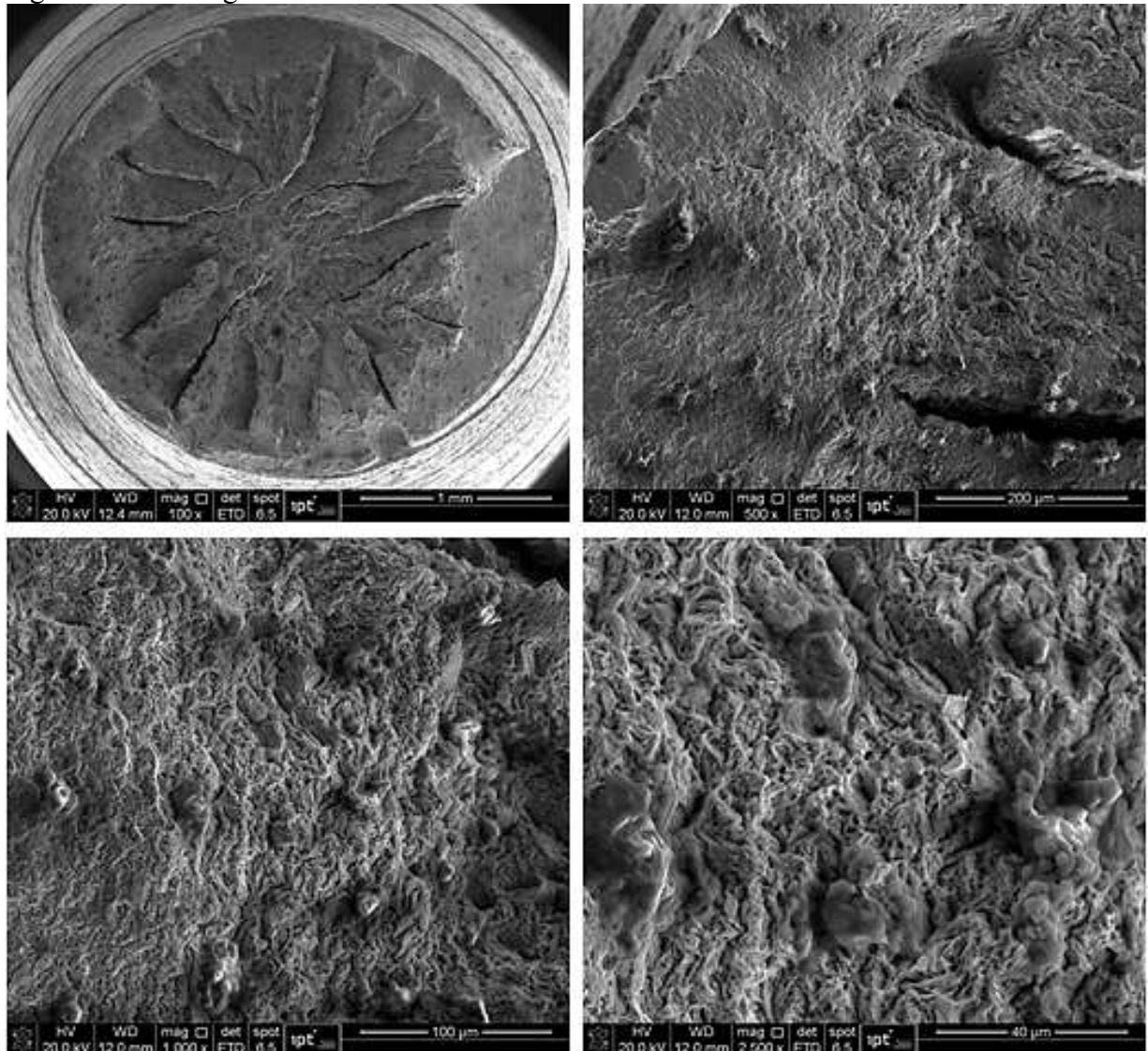
Fonte: Próprio autor.

Figura 16 -Fractografia DP 5.



Fonte: Próprio autor.

Figura 17 - Fractografia DP 6.



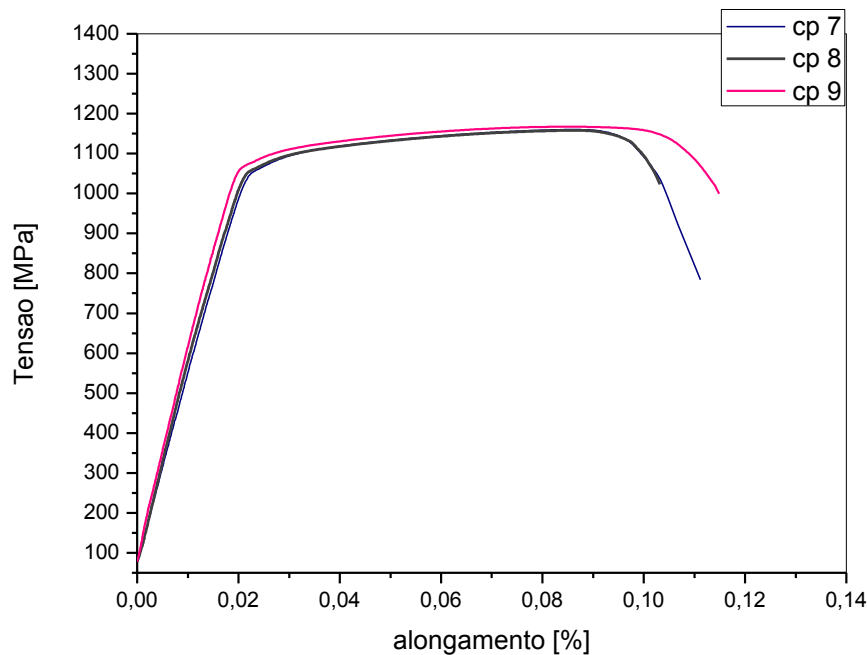
Fonte: Próprio autor.

Como esperado pela taxa de redução de área (RRA) não significativa, as fractografias apresentadas nas figuras 15, 16 e 17 apresentaram o mesmo comportamento de micro mecanismo que as amostras ensaiadas em ar, os *dimples*. Tal fato era esperado pelo elevado valor de taxa de redução de área (0,967) o qual representa a não susceptibilidade a corrosão sob tensão. Sendo assim, o material não sofreu qualquer tipo de fragilização apresentando comportamento dúctil caracterizado pela presença de micro alvéolos na região superfície da fratura. A única observação a ser feita é que a superfície de fratura está mais atacada devido ao ambiente de teste e o tempo de exposição da superfície após a fratura, porém os *dimples* são notados ao longo de toda a superfície de fratura.

4.2.3 Solução NACE A

Os resultados dos ensaios realizados em solução NACE A podem ser observados seguindo os mesmos princípios utilizados anteriormente, primeiro uma análise do comportamento gráfico dos corpos de prova em função da tensão e alongamento, como demonstrado na Figura 18.

Figura 18 - Gráfico tensão x alongamento dos corpos de prova ensaiados em solução NACE A.



Fonte: Próprio autor.

Os dados obtidos pelos ensaios em solução NACE A apresentaram-se diferentes dos ensaios realizados nos outros dois meios. A primeira observação está na redução significativa da taxa de redução de área menor do que 0,5 evidenciando a susceptibilidade do material nas condições de ensaio ao fenômeno da CST, porém mesmo com essa baixa taxa de redução de área (0,340) não se observa queda na resistência nem no alongamento.

Durante o ensaio em solução NACE A, a presença de bolhas na superfície dos corpos foi notada, como pode ser observado na Figura 19, esse fato não ocorreu durante os outros ensaios.

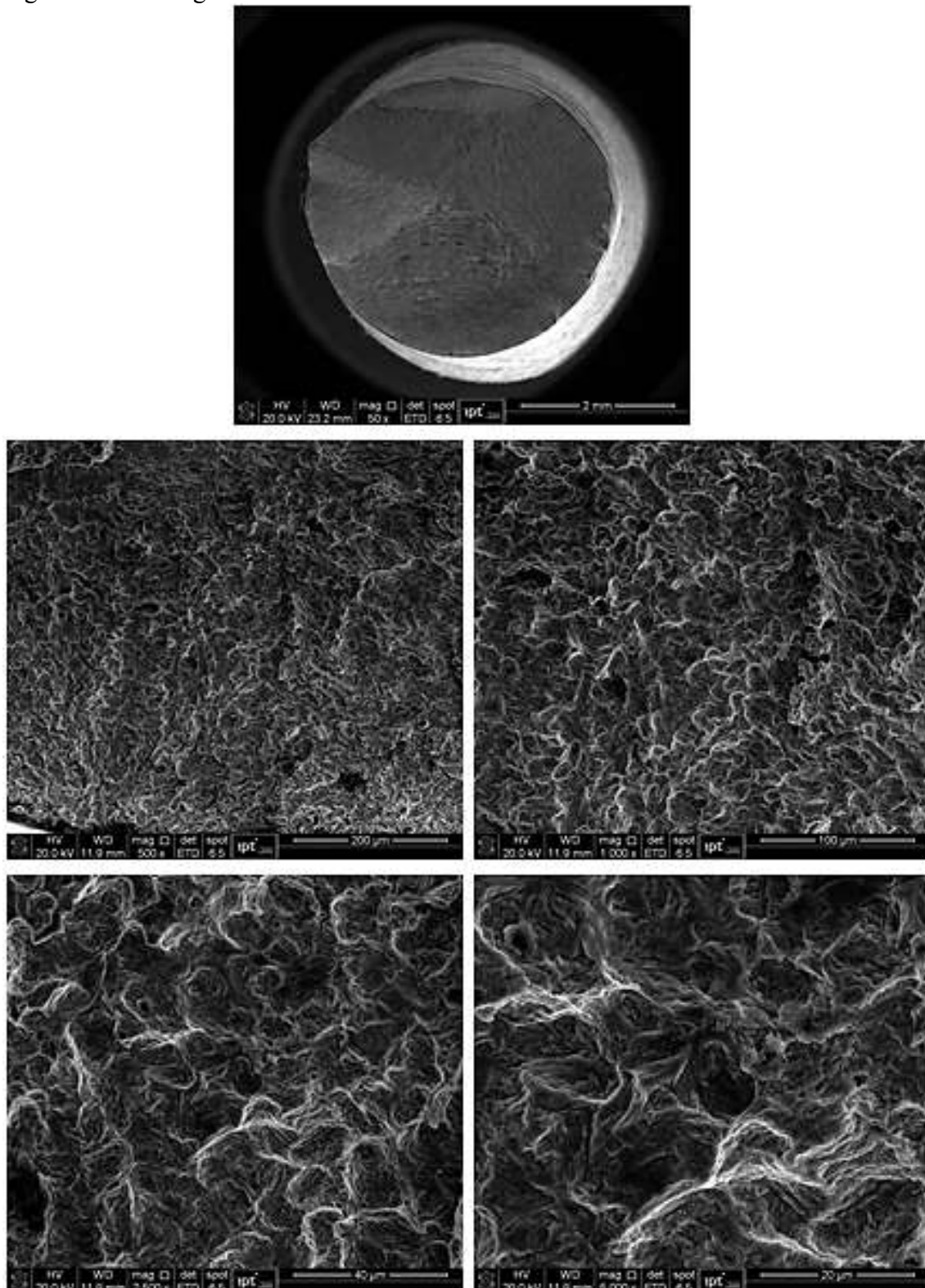
Figura 19 - Formação de bolhas na superfície do corpo de prova durante o ensaio BTB em solução NACE A.



Fonte: Próprio autor.

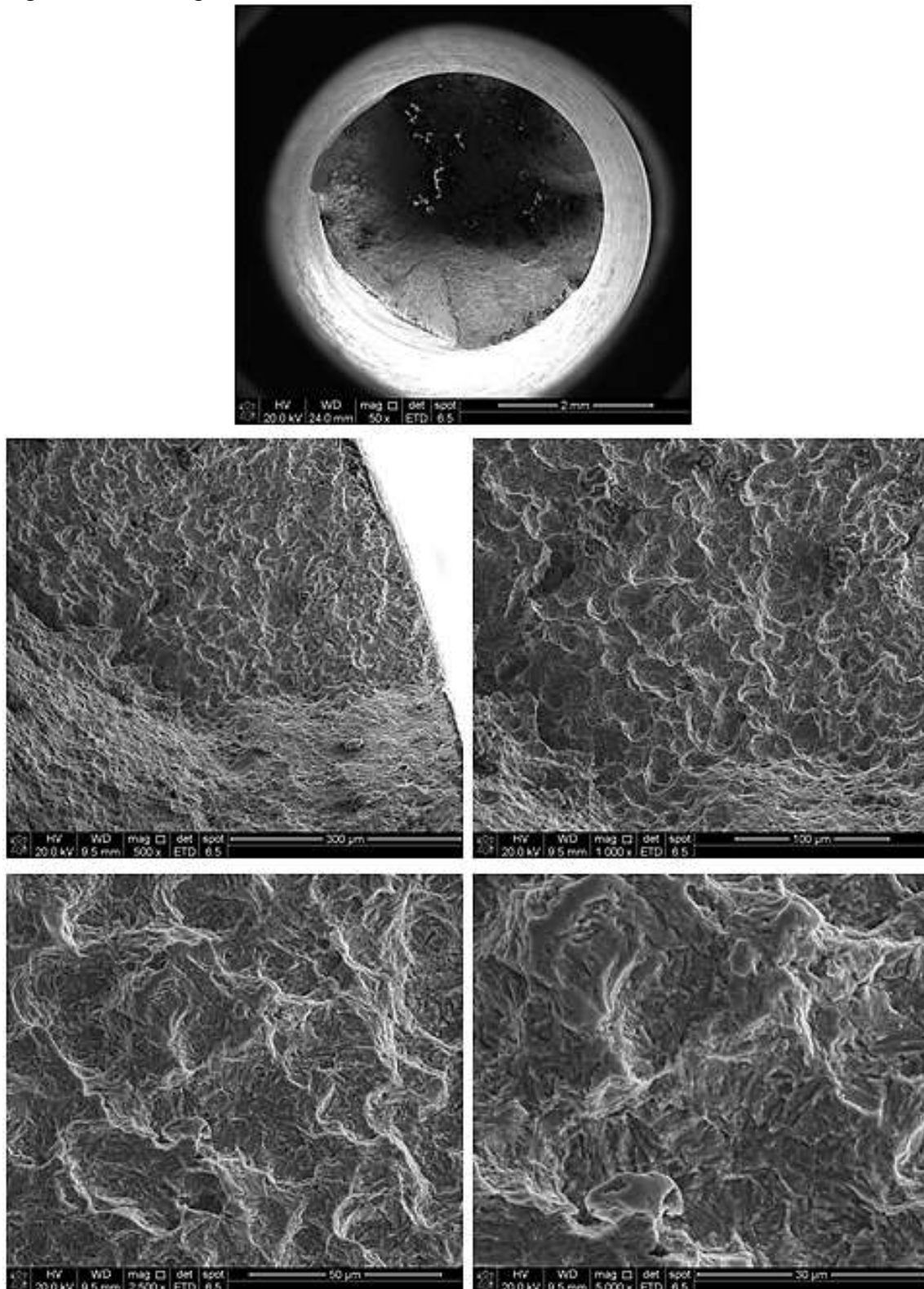
A presença dessas bolhas relatadas pode ser indicio da presença de hidrogênio o qual pode ter ajudado na fragilização do material e na ocorrência da corrosão sob tensão. As fractografias dos três corpos de prova ensaiados em NACE A são apresentadas nas Figuras 20, 21 e 22.

Figura 20 - Fractografia DP 7.



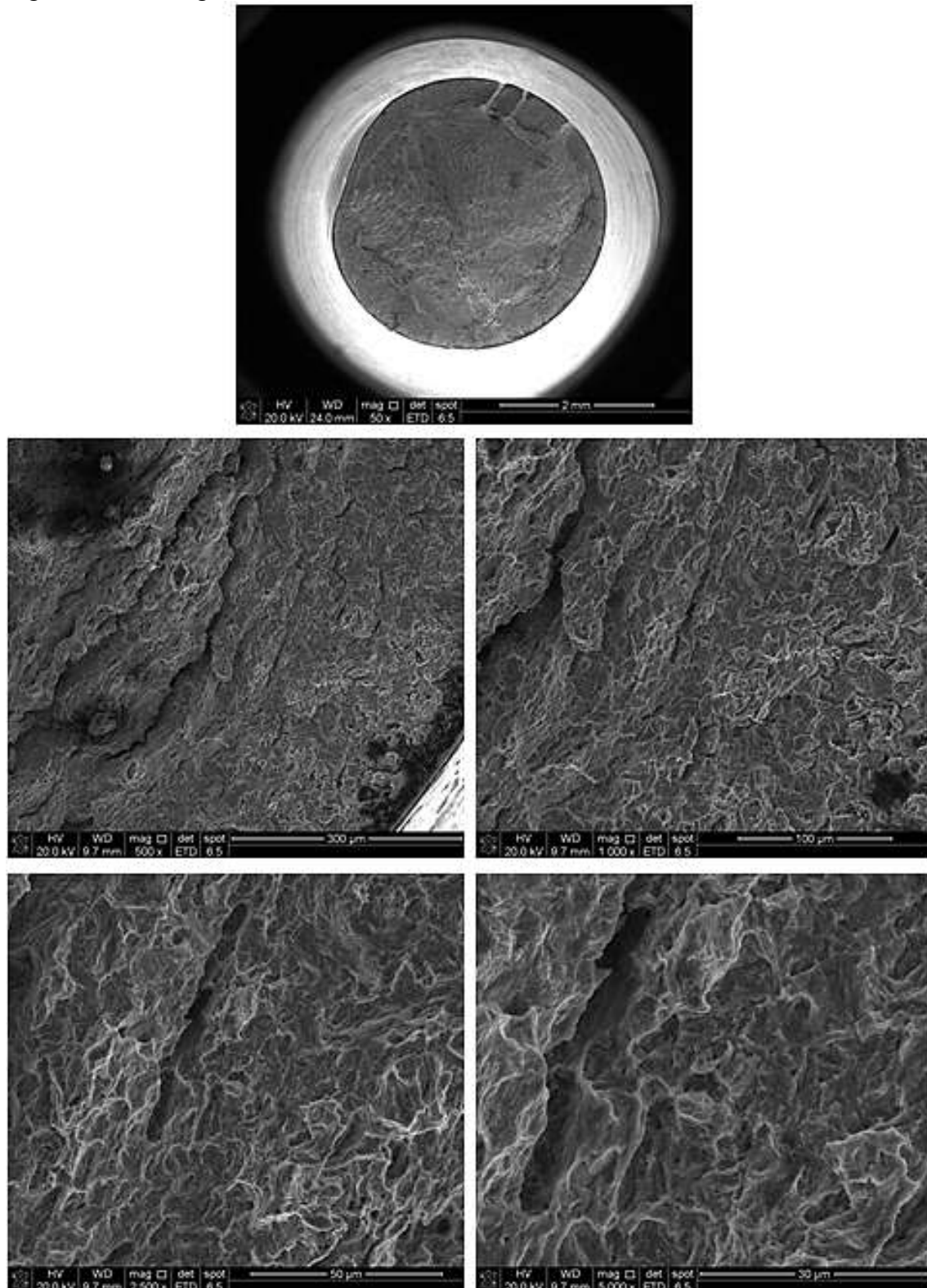
Fonte: Próprio autor.

Figura 21 - Fractografia DP 8.



Fonte: Próprio autor.

Figura 22 - Fractografia DP 9.



Fonte: Próprio autor.

Pelas Figuras 20, 21 e 22 pode-se observar que o micro mecanismo da fratura difere das estruturas alveolares apresentadas nas fractografias anteriores (ensaio ao ar e em água do mar

sintética). Esta diferença no mecanismo de fratura, já era esperada devido ao valor da taxa de redução de área, indicando a susceptibilidade à CST e pela presença de bolhas na superfície dos corpos de prova. Assim o que se observa para os corpos de prova ensaiados em solução NACE A são indícios de fragilização do material, o modo de fratura não fica bem definido mas há a possibilidade de ser uma fratura intermediária entre a intergranular e a quasi-clivagem. Essas marcas estão situadas na região mais próxima à borda, local onde a trinca se propaga de forma estável até atingir o valor crítico de fratura (K_{Isc}) após esse valor a fratura é catastrófica.

4.3 NUCLEAÇÃO MÚLTIPLA DE TRINCAS

Ao observar as regiões das fraturas observa-se a nucleação múltipla de trincas que após atingirem o valor crítico rompem o corpo de prova. Ao investigar a superfície dos corpos de prova ensaiados foi possível identificar esse fenômeno nos corpos de prova ensaiados em solução de água do mar sintética e NACE A, como pode ser observado na Figura 23.

Figura 23 - Múltiplas trincas, 1 e 2 ensaiados em água do mar sintética e 3 e 4 ensaiados em solução NACE A.



Fonte: Próprio autor.

Pela Figura 23 nota-se que as trincas têm origem em risco de usinagem nas amostras ensaiadas em água do mar sintética e em pontos de corrosão nas amostras ensaiadas em solução NACE A. A nucleação de múltiplas trincas gera uma superfície irregular de fratura e impossibilita a determinação do sentido da propagação estável da trinca, sendo necessário realizar novos ensaios com corpos de prova entalhados para verificar a forma com que o entalhe influencia nos resultados do ensaio.

4.4 TRAÇÃO EM BAIXA TAXA DE DEFORMAÇÃO PARA AMOSTRAS ENTALHADAS

O ensaio foi realizado apenas em meio de controle (ar) e em solução NACE A, como forma de verificar a influencia do entalhe no ensaio de tração a baixa taxa de deformação. A Figura 24 representa os corpos de prova após o ensaio.

Figura 24 - Corpos de prova entalhados após ensaio.



Fonte: Próprio autor.

A susceptibilidade à CST pela redução de área pode ser verificada pela Tabela 6, a qual pode ser comparada com a Tabela 5 (corpos de prova íntegros).

Tabela 6 - Resultados do ensaio de tração em baixa taxa de deformação das amostras entalhadas.

CP	Meio	L_i [mm]	D_i [mm]	L_f [mm]	D_f [mm]	RA(%)	RA médio [%]	RRA	ΔL [%]	ΔD [%]
DPE1	AR	24,693	3,440	25,569	3,144	16,466			3,546	8,603
DPE2	AR	23,876	3,445	24,411	3,182	14,693	15,193	1	2,236	7,638
DPE3	AR	23,943	3,444	24,466	3,186	14,419			2,182	7,489
DPE7	NACE A	25,084	3,418	25,448	3,312	6,123			1,449	3,110
DPE8	NACE A	24,794	3,446	24,950	3,357	5,099	6,436	0,424	0,627	2,583
DPE9	NACE A	25,308	3,443	25,766	3,301	8,085			1,849	4,128

Fonte: Próprio autor.

Ao comparar o valor de redução de área (RRA) observados nas tabelas 6 e 7, observa-se a susceptibilidade a corrosão sob tensão nos corpos de prova íntegros e entalhados, quando submetidos ao ensaio de tração em baixa taxa de deformação, em solução NACE A. Ambos os casos apresentaram RRA inferior a 0,5, comprovando a susceptibilidade.

Pela Figura 24 observa-se que os corpos de prova ensaiados em ar não apresentaram mudança na coloração superficial. Já os ensaiados em solução NACE A apresentaram alteração na coloração superficial. A mudança na coloração superficial dos corpos de prova, como discutido anteriormente, indica que o ambiente interage com o material, o que incita a corrosão. O fato é observado desde o início do ensaio quando aparecem pontos localizados de corrosão no corpo de prova e bolhas, como visto na Figura 25, o que pode ser um indício de fragilização do material.

Figura 25 - Pontos de corrosão e bolhas na superfície do corpo de prova ensaiado em solução NACE A.

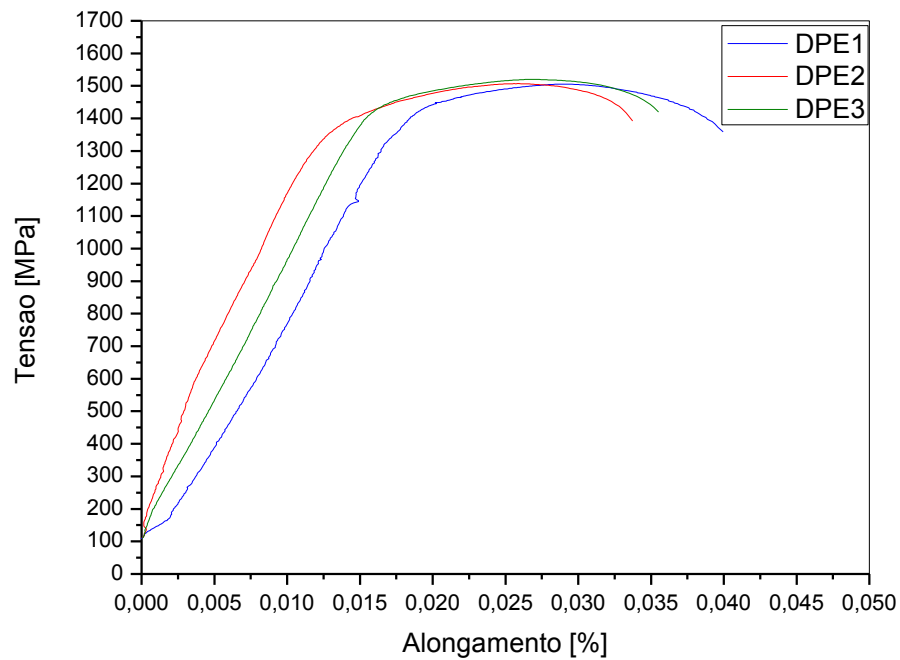


Fonte: Próprio autor.

4.4.1 Ar (Meio de Controle)

Na Figura 26 pode-se observar o comportamento dos corpos de prova ensaiados ao ar, no ensaio de tração a baixa taxa de deformação (DPE 1, 2 e 3).

Figura 26 - Gráfico tensão x alongamento dos corpos de prova ensaiados ao ar.

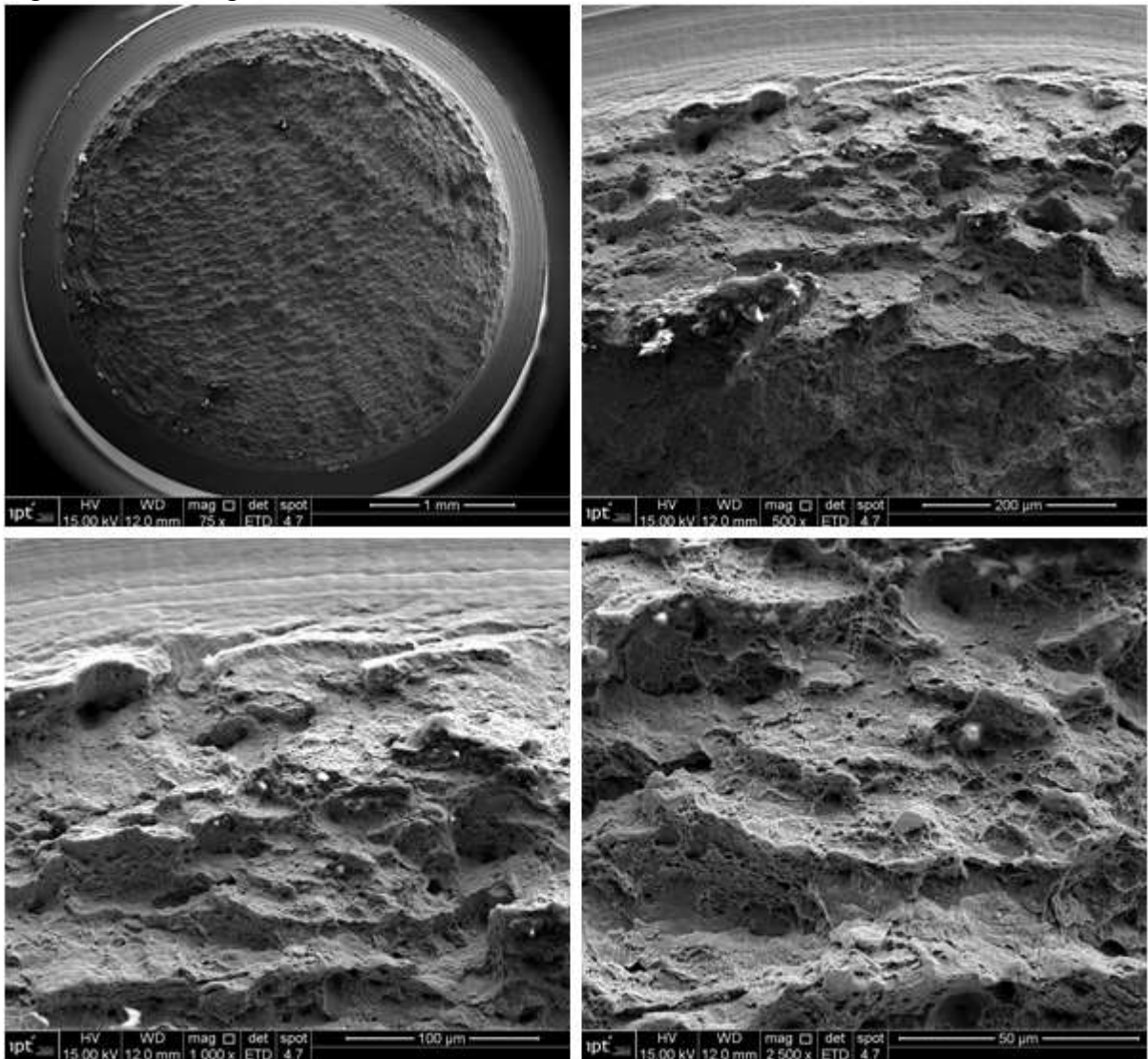


Fonte: Próprio autor.

Ao observar o gráfico da Figura 26 verifica-se variação no alongamento nos diferentes corpos de prova ensaiados. O corpo de prova identificado com DPE 1 apresentou maior alongamento que os DPE 2 e 3.

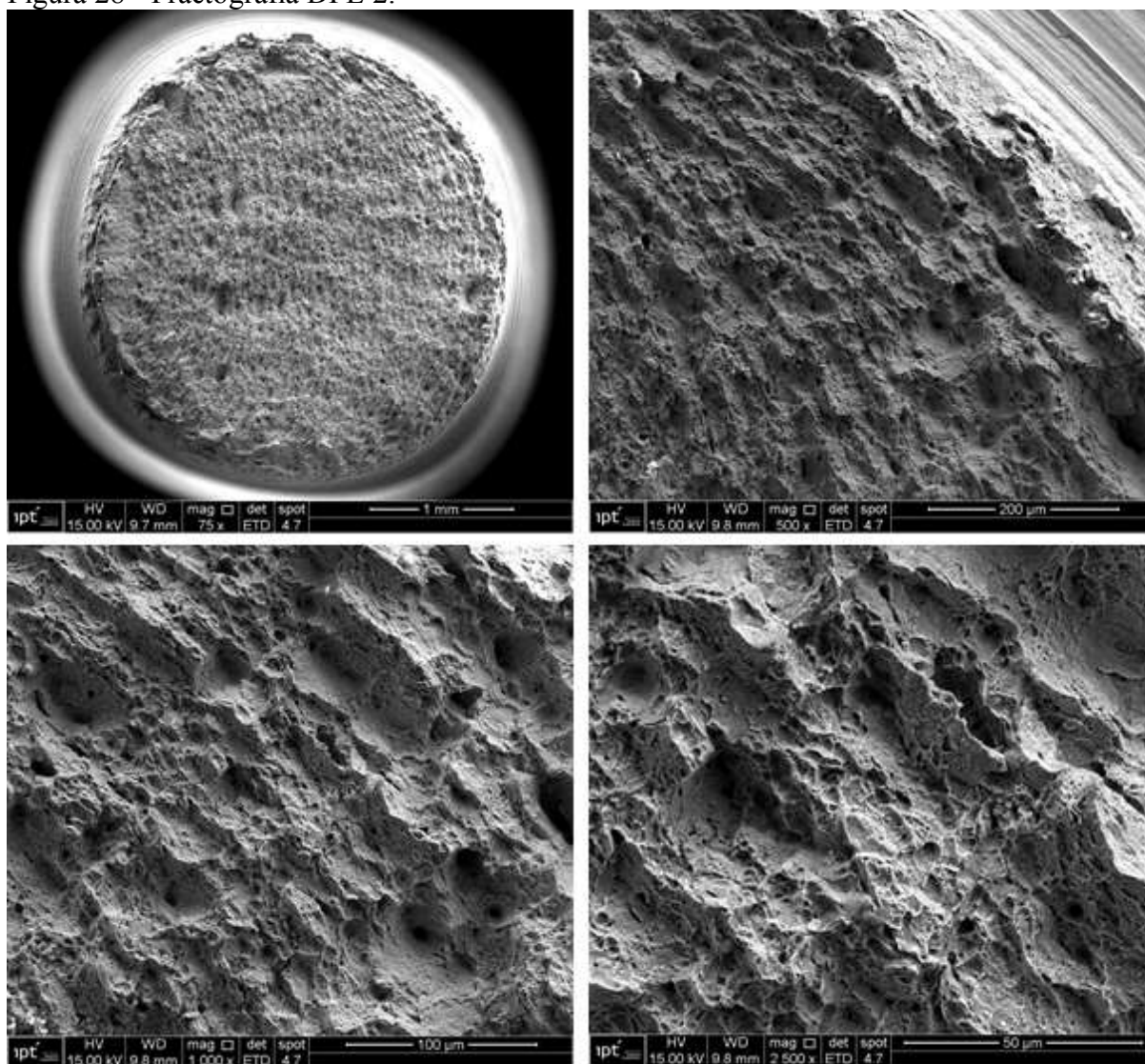
Nas Figuras 27, 28 e 29 as fractografias dos corpos de prova ensaiados ao ar são apresentadas:

Figura 27 - Fractografia DPE 1.



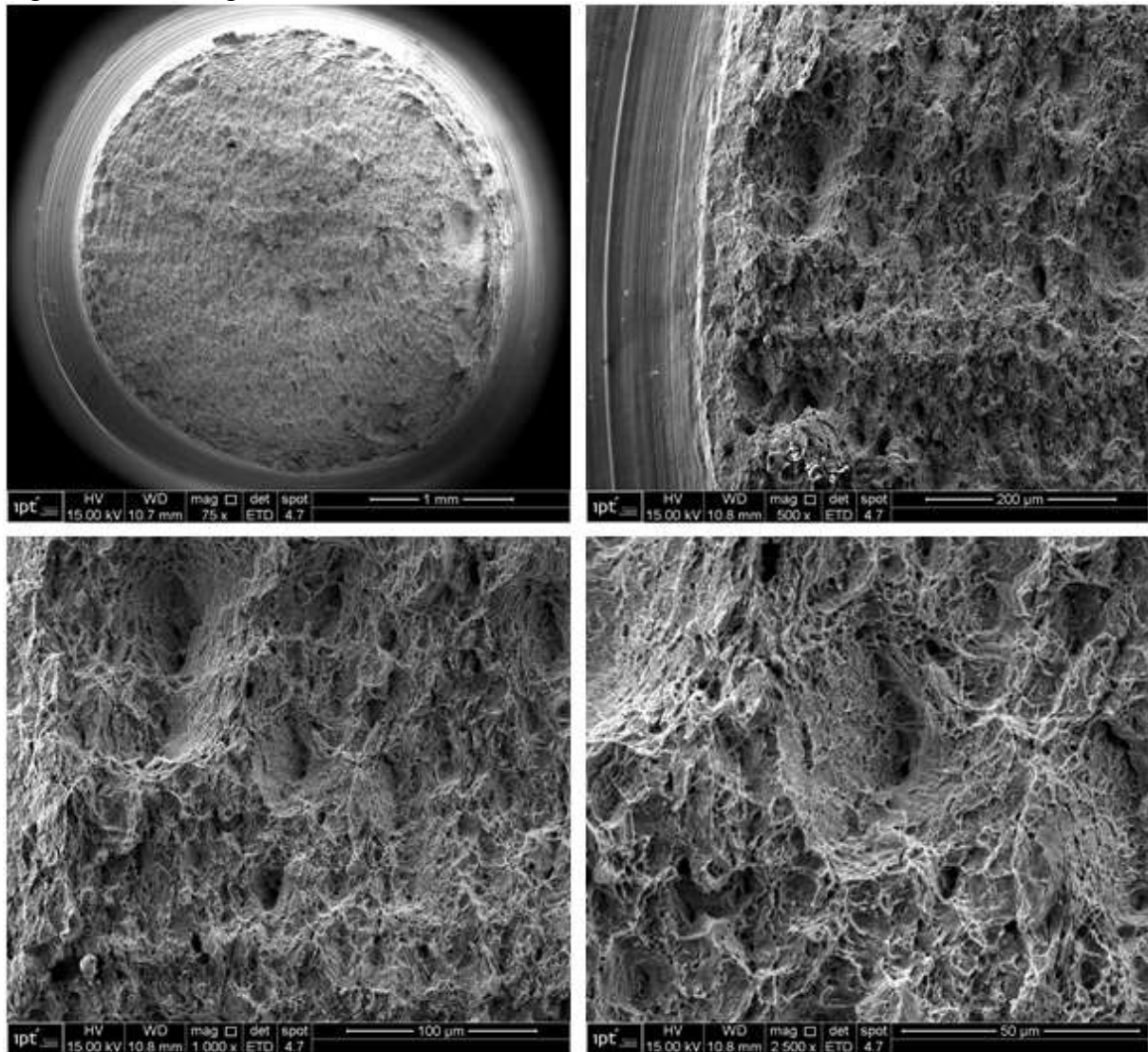
Fonte: Próprio autor.

Figura 28 - Fractografia DPE 2.



Fonte: Próprio autor.

Figura 29 - Fractografia DPE 3.



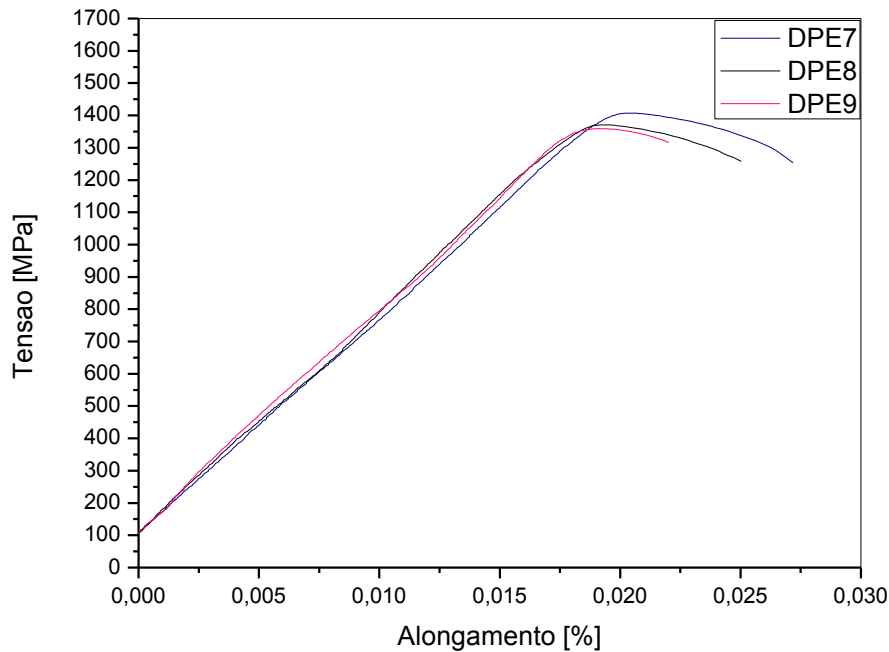
Fonte: Próprio autor.

Ao analisar as imagens das figuras 27, 28 e 29, observa-se que os 3 corpos de prova apresentam o mesmo micro mecanismo de fratura, os *dimples*. A presença dessas micro cavidades indica que os corpos de prova romperam de forma dúctil sem que ocorresse fragilização do material pelo meio.

4.4.2 Solução NACE A

Os resultados dos ensaios realizados em solução NACE A podem ser observados seguindo os mesmos princípios utilizados anteriormente, primeiro uma análise do comportamento gráfico dos corpos de prova em função da tensão e alongamento, como demonstrado na Figura 30.

Figura 30 - Gráfico tensão x alongamento dos corpos de prova ensaiados em solução NACE A.

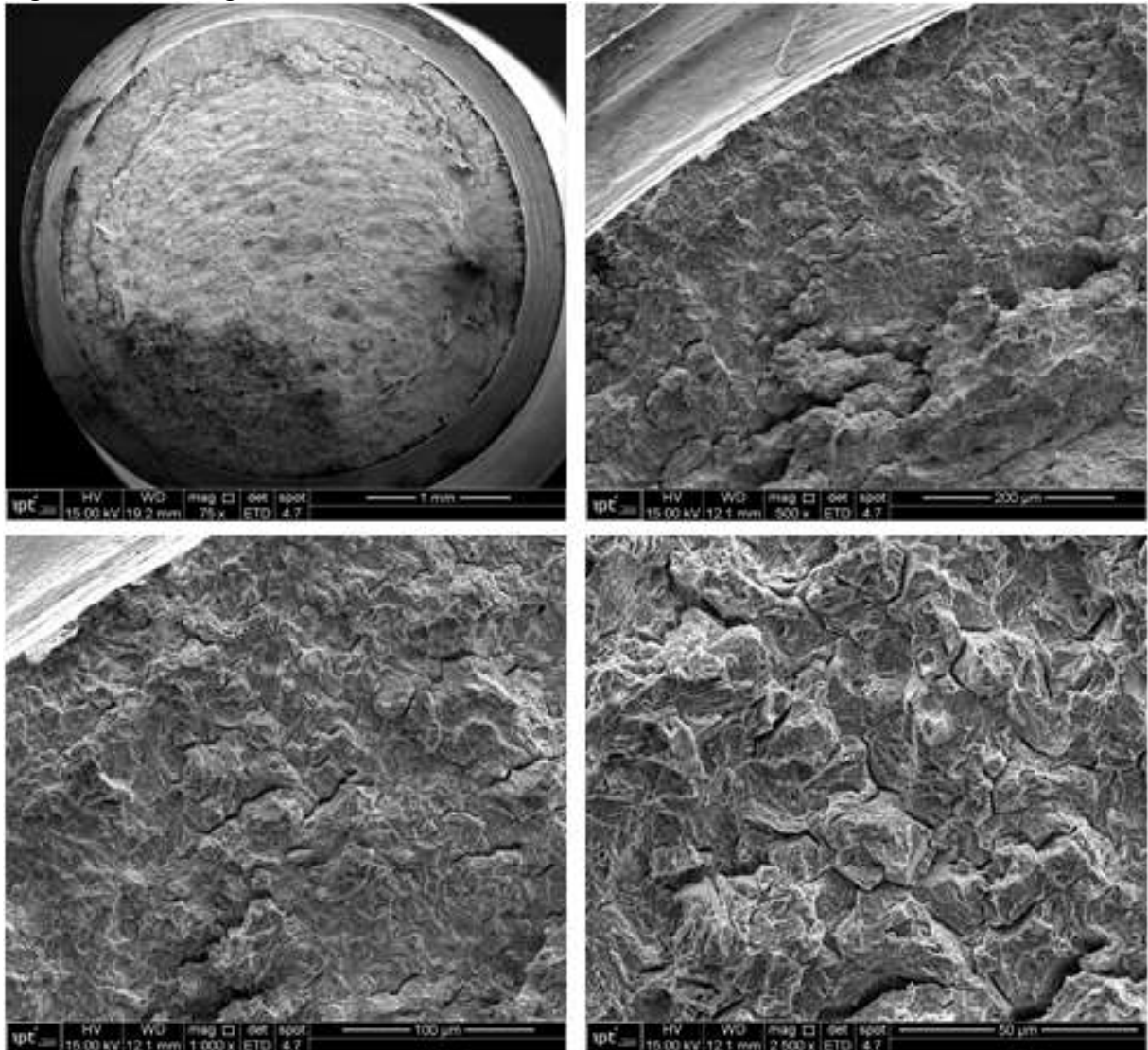


Fonte: Próprio autor.

Os dados obtidos pelos ensaios em solução NACE A apresentaram-se diferente dos ensaios realizados no outro meio. A primeira observação está na significativa queda da taxa de redução de área, menor do que 0,5, evidenciando a susceptibilidade do material nas condições de ensaio ao fenômeno da CST. Vê-se que a CST observada é considerável e levou a $RRA = 0,424$, assim como a queda na resistência e no alongamento do material.

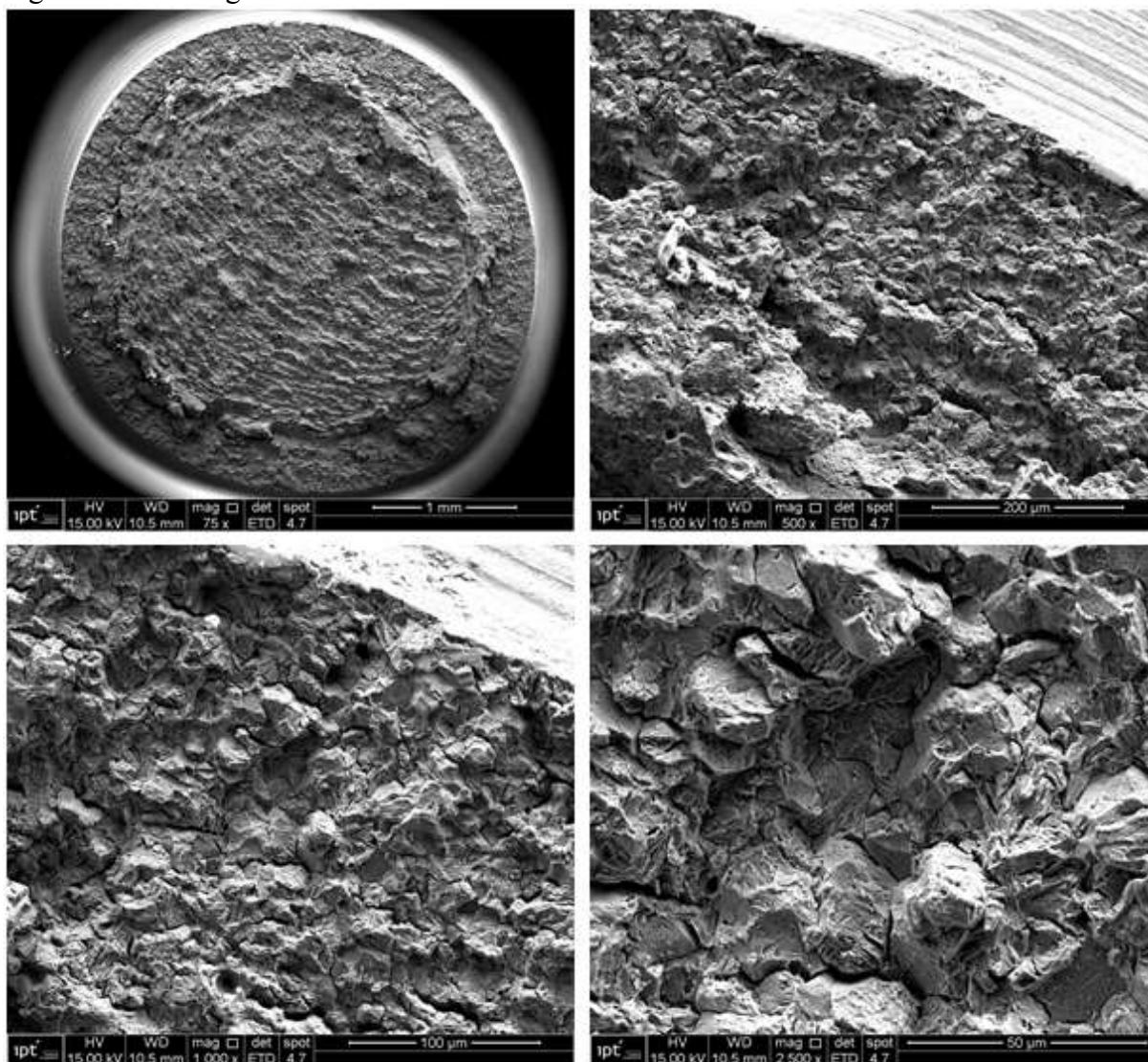
Como já citado, no ensaio em solução NACE A observou-se a presença de bolhas na superfície dos corpos de prova (Figura 25), fato não observado na outra condição ensaiada. As bolhas observadas, muito provavelmente são de hidrogênio, e portanto atuaram na fragilização do material e na ocorrência da corrosão sob tensão. As fractografias dos três corpos de prova ensaiados em solução NACE A são apresentadas nas Figuras 31, 32 e 33:

Figura 31 - Fractografia DPE 7.



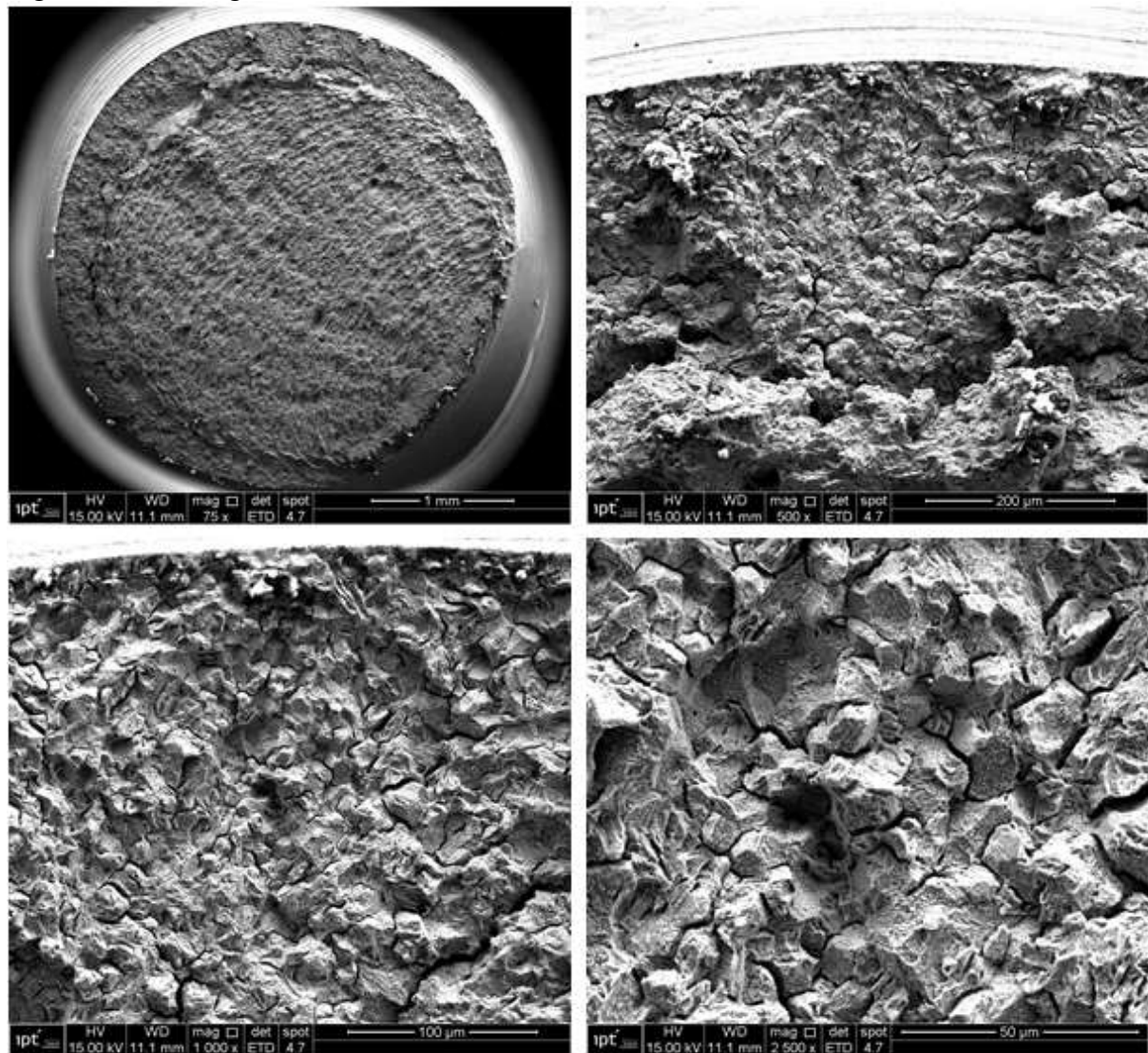
Fonte: Próprio autor.

Figura 32 - Fractografia DPE 8.



Fonte: Próprio autor.

Figura 33 - Fractografia DPE 9.



Fonte: Próprio autor.

Pelas figuras 31, 32 e 33 pode-se observar que o micro mecanismo da fratura difere das estruturas alveolares apresentadas nas fractografias anteriores, como era esperado por causa do valor da taxa de redução de área, indicando a susceptibilidade à CST, e pela presença de bolhas na superfície dos corpos de prova. Assim, o que se observa para os corpos de prova ensaiados em solução NACE A é fratura intergranular. Como nas amostras íntegras, esse mecanismo de propagação da trinca está situado na região mais próxima à borda. As trincas se propagam de forma estável até que o fator de intensificação de tensão (K_{Isc}) se torna crítico e leva à fratura catastrófica.

5 CONCLUSÃO

Após a realização dos ensaios, analisando-se os resultados obtidos e comparando-os com aqueles presentes na literatura, pode-se concluir que:

- ✓ Observando-se as superfícies de fratura dos corpos ensaiados e os valores do fator de redução de área, o material ensaiado (*drill pipe*), tanto para amostras integras quanto entalhadas, quando ensaiado em solução NACE A apresenta CST.
- ✓ A corrosão sob tensão, pelo fator de redução de área, não ocorre para amostras de drill pipe integras quando o material é ensaiado em água do mar utilizando os parâmetros desse estudo.
- ✓ O entalhe influencia no modo de fratura de forma oposta ao relatado na literatura. O entalhe serve como intensificador de tensão aumentando o valor de K , porém nas amostras entalhadas a fratura ocorre de modo intergranular. Enquanto que para as amostras integras, as quais apresentam menor valor de K , observa-se um mecanismo de fratura misto, envolvendo fratura intergranular e quasi-clivagem.
- ✓ Quanto mais fragilizado o material, menor o desvio observado nos resultados dos ensaios. Tal fato difere das demais referências e pode ser enfatizado em um estudo futuro.

REFERÊNCIAS

- AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **Specification for drill pipe**, 2000.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **E8-09**: standard test methods for tension testing of metallic materials. Pensilvânia, 2009.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **G193-03**: standard terminology and acronyms relating to corrosion. Pensilvânia, 2003.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **G129-00**: standard practice for slow strain rate testing to evaluate the susceptibility of metallic materials to environmentally assisted cracking. Pensilvânia, 2013.
- BALLESTEROS, A. F. **Avaliação da resistência de juntas soldadas circunferenciais de aço API 5L X-80 à corrosão sob tensão na presença de sulfetos e susceptibilidade à fragilização por hidrogênio**. 2009. f. 31. Tese (Doutorado em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.
- BALLESTEROS, A. F.; PONCIANO, J. A. C.; BOTT, I. de S. Susceptibilidade de juntas soldadas circunferenciais de aço API 5L X80 à corrosão sob tensão e à fragilização por hidrogênio. *Tecnol. Metal. Mater. Miner.* v. 6, n. 3, p. 147-152, jan-mar. 2010.
- COELHO, P. P. S. **Estudo da susceptibilidade à corrosão sob tensão em atmosfera de H₂S das armaduras de tração de dutos flexíveis**. 2013. f. 81. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica e Tecnologia de Materiais) – Centro Federal de Educação Tecnológica Celso Suckow da Fonseca (CEFET), Rio de Janeiro, 2013.
- CONTRERAS, A. et al. Slow strain rate corrosion and fracture characteristics of X-52 and X-70 pipeline steels. *Materials Science and Engineering*, p. 45-52, 2005.
- DEMORI, D. M. **Avaliação de aço UNS S32760 submetido ao ensaio de baixa taxa de deformação**: influência da proteção catódica aplicada. 2011. f. 102. Dissertação (Mestrado em Engenharia Minas, Metalúrgica e de Materiais) – Escola de Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.
- FESSLER, R. R. **Stress corrosion cracking in pipelines**. Rio de Janeiro, 2007. (apostila de curso).
- FORTES, M. de S. **Conteúdo digital para ensinagem de análise e interpretação de falhas mecânicas**. 2013. 79 f. Dissertação (Mestrado Profissional em Materiais) – Centro Universitário de Volta Redonda, Fundação Oswaldo Aranha, Volta Redonda, 2013.
- GEMELLI, E. **Corrosão de materiais metálicos e sua caracterização**. Rio de Janeiro: LTC, 2001.
- GENTIL, V. **Corrosão**. 3. ed. Rio de Janeiro: LTC, 1994.

HERTZBERG, R. W. **Deformation and fracture mechanics of engineering materials**. 4 ed. Nova York: WILEY, 1995.

IPT. **Relatório Técnico N 114 928-205**: análise de falhas em três amostras de tubo de perfuração (*drill pipe*). 2015.

IPT. **RELATÓRIO TÉCNICO N 117 915-205. Corrosão sob tensão em equipamentos hidromecânicos e usinas hidrelétricas**. 2007.

JONES, R. H. Stress-Corrosion Cracking. ASM Handbook. v. 13A. **Corrosion: Fundamentals, Testing and Protection**, 2003, p. 346-366.

JUNIOR, P. A. de M. **Comportamento da corrosão sob tensão da liga 7075 - T6 para futuras utilizações em projetos mecânicos**. 2010. f. 92. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Mecânica) – Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2010.

KERLINS, V. **Fractography**: principles and practices: modes of fracture, ASM Handbook, 1987. v.12, p. 51- 53.

MORAIS, W. A. de. Et al. A análise de falhas: parte 2: morfologias básicas das superfícies de fratura. **Siderurgia Brasil**, n. 103, p. 20-22, jun.2014.

NACIONAL ASSOCIATION OF CORROSION ENGINEERS. **MR 0175-1**: petroleum and natural gas industries: materials for use in H₂S: containing environments in oil and gas production, 2001.

NACIONAL ASSOCIATION OF CORROSION ENGINEERS. **TM 0111-11**: slow strain rate test method for evaluation of ethanol stress corrosion cracking in carbon steels, 2011.

NACIONAL ASSOCIATION OF CORROSION ENGINEERS. **TM 0177-05**: laboratory testing of metals for resistance to sulfide stress cracking and stress corrosion cracking in H₂S, 2005.

PETROBRAS. **Exploração e produção de petróleo e gás**. Disponível em: < <http://www.petrobras.com.br/pt/nossas-atividades/areas-de-atuacao/exploracao-e-producao-de-petroleo-e-gas/>>. Acesso em: 25 jul. 2017.

PHULL, B.. **Corrosion**: fundamentals, testing and protection: evaluating stress-corrosion cracking. ASM Handbook. 2003. v. 13, p. 575-616.

ROSA, E. da. **Análise de resistência mecânica**: mecânica da fratura. UFSC: GRANTE, 2002.

SÁ, J. da S. de. **Estudo da resistência a corrosão e fragilização por hidrogênio em aço 9% Ni**. 2015. 57 f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia Metalúrgica) – Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2015.

SANTOS, C. et al. Ensaio de corrosão sob tensão do aço API 5L X70 em meio de etanol. **Corrosão e proteção de materiais**. v. 32, n. 1, p. 19-23, jan-mar. 2013.

SANTOS, M. B. Perfuração de poços de petróleo: fluidos de perfuração. **Revista de divulgação do projeto universidade Petrobrás e IF fluminense**, v. 2, n. 1, p. 121-127, 2012.

SILVA, V. G. **Avaliação da susceptibilidade à corrosão sob tensão do aço inoxidável superduplex UNS S32750 soldado pelo processo TIG orbital em meios contendo Cl^- , CO_2 e H_2S** . 2012. 94f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Escola de Engenharia, Universidade Federal Fluminense, 2012.

ZOLIN, I. **Ensaaios mecânicos e análises de falhas**. Santa Maria: Curso técnico de automação industrial. Colégio técnico industrial , 2011.