

ANÁLISE DE FALHA EM TUBULAÇÃO DE AÇO INOXIDÁVEL SUPER DUPLEX UNS S32750 PARA CAPTAÇÃO E TRATAMENTO DE ÁGUA OCEÂNICA*

Kleber da Silva Pazeto^{1,2}

Leonardo Carpintero³

Fábio de Oliveira Braga^{4,5}

Lidia Ágata de Sena⁶

Monique Osório Talarico da Conceição⁷

Sergio Neves Monteiro⁸

Resumo

No presente trabalho foram realizadas análises metalúrgicas para determinação das causas da falha em uma tubulação soldada de aço UNS S32750, que conduzia água do mar como captada. Foram realizados testes mecânicos, químicos e metalográficos para verificar a adequação da liga para a presente aplicação, e para investigar as causas do vazamento. Foi possível concluir que a falha foi causada pelo baixo teor de ferrita na raiz da solda, de forma que esta se tornou susceptível à corrosão por pites, ao interagir quimicamente com o meio corrosivo rico em cloretos.

Palavras-chave: Aço inoxidável superduplex; Análise de falha; Corrosão; Solda.

FAILURE ANALYSIS IN UNS S32750 DUPLEX STAINLESS STEEL TUBING FOR OCEAN WATER TREATMENT

Abstract

In the presente work, metallurgical analyzes were performed to determine the roots of failure in a UNS S32750 steel tubing, that conducted sea water as caught. Mechanical, chemical and metallographic tests were performed to check if the alloy was adequate to the present application, and to investigate the causes of the leaking. It was possible to conclude that the failure was caused by the low ferrite content in the weld root, so that it became susceptible to pitting corrosion, while interacting chemically with the chloride-rich corrosive environment.

Keywords: Superduplex stainless steel; Failure analysis; Corrosion; Weld.

¹ Estudante, Graduação Tecnológica em Processos Metalúrgicos, Faculdade SENAI Rio, Rio de Janeiro, RJ e Brasil.

² Técnico de Laboratório Sênior, Laboratório de Mecânica, Metrologia, Metalografia e Corrosão, Materials Test Center (MTC), Rio de Janeiro, Brasil.

³ Estudante, Graduação Tecnológica em Processos Metalúrgicos, Faculdade SENAI Rio, Rio de Janeiro, RJ e Brasil.

⁴ Engenheiro Metalurgista, M.Sc., Candidato ao Doutorado em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia Mecânica e de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. fabio_obraga@yahoo.com.br.

⁵ Engenheiro Metalurgista, M.Sc., Docente, Graduação Tecnológica em Processos Metalúrgicos, Faculdade SENAI Rio, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁶ Química, D.Sc., Docente/Coordenadora, Especialização em Engenharia de Equipamentos e Materiais, Faculdade SENAI Rio, Rio de Janeiro, RJ e Brasil.

⁷ Física, D.Sc., Docente, Especialização em Engenharia de Soldagem, Faculdade SENAI Rio, Rio de Janeiro, RJ e Brasil.

⁸ Engenheiro, Ph.D., Docente, Seção de Engenharia Mecânica e de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Os aços inoxidáveis austeno-ferríticos, como o duplex, o superduplex e o hiperduplex, são aços que apresentam excelentes propriedades mecânicas, bem como alta resistência à corrosão por pites em meios contendo o íon cloreto (Cl⁻). Sua resistência química pode ser atribuída à sua microestrutura bifásica balanceada de ferrita delta (δ) e austenita (γ), e aos elementos de liga como cromo (Cr), níquel (Ni), molibdênio (Mo) e nitrogênio (N) [1-2].

Estes aços são materiais fundamentais para uma diversidade de aplicações, especialmente na indústria química e petroquímica. São utilizados em plataformas marítimas de extração de petróleo, em sistemas como o de captação de água oceânica para preparação de água potável ou para água de injeção de poços de petróleo [3-6].

O aproveitamento das características metalúrgicas e mecânicas dos aços duplex implica em um rígido controle da qualidade em sua produção e soldagem. Estes aços são sensivelmente afetados por ciclos térmicos, e, dependendo da composição química, podem sofrer precipitação de fases intermetálicas deletérias ou desenvolver microestrutura não balanceada das fases ferrita e austenita. Neste caso, o material se torna susceptível à corrosão e à perda acentuada de tenacidade. Estes fenômenos de fragilização podem resultar em falhas repentinas, com longos períodos de paradas na unidade de processamento, dependendo da gravidade da falha ocorrida [1-2, 7-8].

Com o setor industrial cada vez mais competitivo, as indústrias elevam seus patamares de produção e, conseqüentemente, seus equipamentos de processos estão sujeitos a maiores níveis de exigência. Neste contexto, as técnicas de análise de falha se tornam indispensáveis, pois possibilitam determinar as causas das falhas dos equipamentos e os seus mecanismos, além de fornecer subsídios para a sua operação confiável, segura e eficiente.

Portanto, o objetivo deste trabalho é determinar a causa de falha de uma junta soldada em tubulação construída de aço inoxidável superduplex (UNS S32750), que apresentou vazamento durante a operação.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

No presente trabalho, foi analisado um segmento de tubulação soldada de aço inoxidável superduplex UNS S32750 (solubilizado), de 10 polegadas de diâmetro, que apresentou vazamento de seu fluido em operação. No trecho analisado, o fluido era água do mar como captada, com temperatura de operação entre 21 e 26 °C.

A solda havia sido realizada utilizando consumível de aço inoxidável superduplex, pelo processo Tungsten Inert Gas (TIG). A Tabela 1 apresenta a composição química da tubulação analisada, tanto do metal base quanto do metal da solda. A técnica utilizada foi a espectroscopia de emissão ótica, por meio do equipamento Espectromaxx 121411/06, da Espectro Sul Americana.

Tabela 1. Composição química da solda analisada.

Elemento	Composição química (%peso)	
	Metal de base ¹	Metal de solda ²
Carbono	0,021	0,015
Silício	0,352	0,450
Manganês	0,76	1,28
Fósforo	0,021	0,021
Enxofre	0,0047	0,0048
Cromo	24,53	24,02
Níquel	7,10	8,13
Molibdênio	3,98	3,11
Cobre	0,286	0,133
Cobalto	0,184	0,114
Titânio	0,014	0,015
Nióbio	<0,0040	0,015
Vanádio	0,087	0,055
Tungstênio	0,055	0,026
Chumbo	<0,0030	<0,0030
Nitrogênio	0,19	0,13
Ferro	62,6	62,6

¹ Fonte: ASTM A815 [9].

² Fonte: AWS A9 [10].

Previamente aos ensaios mecânicos, foi realizado o ensaio radiográfico, através da técnica de parede dupla/vista simples (PD/VS), com o objetivo de avaliar as condições gerais da solda. Nenhuma descontinuidade interna foi encontrada. Ensaios visuais foram realizados na superfície externa e interna, em região soldada da tubulação, bem como ensaio por líquido penetrante, a fim de se detectar quaisquer possíveis contaminantes e defeitos de soldagem superficiais (trincas, defeitos geométricos e concentradores de tensões). Não foram encontrados outros defeitos, senão os relacionados ao processo corrosivo na raiz da solda (Figura 1a), além do orifício em que ocorreu o vazamento (Figura 1b).



(a)



(b)

Figura 1. Aspecto geral da descontinuidade na solda visualizada pela superfície (a) interna da tubulação (raiz da solda) e (b) externa da tubulação (face da solda).

Foram realizados ensaios de tração à temperatura ambiente, seguindo a norma ASME IX [11], em corpos de provas extraídos transversalmente à junta soldada. Os

testes foram realizados utilizando uma máquina de ensaios eletro-hidráulica WPM Heckert ZD 40, com velocidade de ensaio de 5 MPa/s. No metal de base, o corpo de prova foi extraído e testado conforme a norma ASTM A370 [12], no sentido longitudinal ao principal eixo da tubulação.

Avaliou-se a ductilidade da junta soldada por meio de ensaios de dobramentos de face e raiz. Os corpos-de-prova foram dobrados até o ângulo de 180°, utilizando cutelo com diâmetro de 4 vezes a espessura da tubulação soldada, de acordo com a norma ASME IX [11]. A máquina de ensaios foi a mesma utilizada nos ensaios de tração, mas utilizando uma matriz para dobramento.

Ensaio para determinação de dureza foram realizados ao longo da seção transversal da solda, na escala Vickers, utilizando o equipamento WPM Heckert HPO-250. Foi aplicada carga de 10 kgf durante 15 segundos para cada teste. As medidas foram realizadas seguindo as especificações da norma ASTM E92 [13], em diversos locais da amostra, como na zona fundida (ZF), na zona termicamente afetada (ZTA) e no metal de base (MB). A Figura 2 mostra as regiões em que foram realizados os testes de dureza. Com base na medida das indentações, a dureza pode ser calculada pela Equação 1.

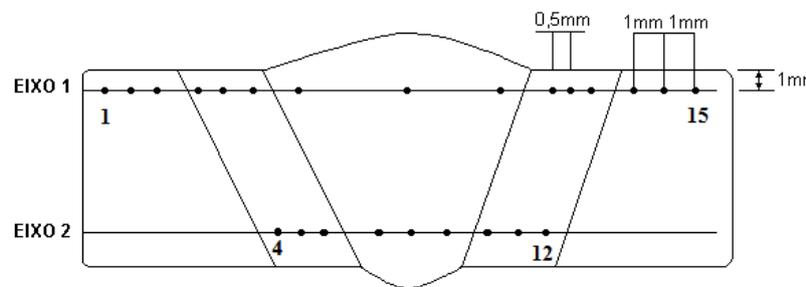


Figura 2. Diagrama esquemático da junta soldada, mostrando os pontos de medida de dureza.

$$HV \left(\frac{Kgf}{mm^2} \right) = 1854 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (1)$$

Onde: d = diagonal de impressão em mm; F = carga aplicada em kgf.

Para realização das macrografias, a solda teve sua superfície preparada com lixas, até a granulação 600, com posterior ataque químico solução de água régia 3:1 conforme ASTM E340 [14]. A amostra foi examinada por meio de microscópio estéreo com ampliação de 10x.

A caracterização microestrutural da tubulação soldada foi realizada por microscopia óptica, utilizando um microscópio Union MEC-5. As amostras metalográficas foram seccionadas, embutidas e lixadas até a granulação 600, em seguida polidas com suspensão de pasta de diamantes de 6 µm e acabamento com 1 µm. Após a etapa de preparação, as amostras foram atacadas eletroliticamente com reagente de hidróxido de sódio (NaOH) e hidróxido de potássio (KOH), para revelação de sua microestrutura.

A quantificação das fases ferrita δ e austenita γ, em diferentes regiões da junta soldada, foi realizada com o auxílio do programa imageJ. Foram obtidas em média de 20 imagens para a ZF (face, núcleo e raiz), ZTA e MB, sob aumentos entre 500x e 800x. Esta quantificação foi efetuada conforme a norma ASTM E562 [15], pelo método de contagem por pontos, na qual a fração volumétrica é efetuada sobre uma grade retangular de pontos simétricos sobre a imagem da microestrutura, contando-

se o número de pontos da grade que coincidem com a fase a qual deseja-se quantificar. Com a obtenção das imagens foi realizado estudo estatístico com a média, desvio padrão, intervalo de confiança e precisão relativa das percentagens de ferrita e austenita nas amostras.

Para a espectrometria de emissão óptica, as amostras foram preparadas por usinagem e lixamento manual, sendo posteriormente limpas com álcool 99% e secas com lenço de papel, conforme recomendado pelo fabricante do equipamento. O teor de nitrogênio foi obtido por via úmida, sendo a amostragem realizada através de broca helicoidal com aproximadamente 5 gramas de cavaco retirados da ZF e do MB.

Foi realizado teste de corrosão por perda de massa no corpo de prova retirado da junta soldada, em formato retangular, seguindo o padrão recomendado pelas normas ASTM G48 [16] e NORSOK M-601 [17]. As dimensões da amostra foram 50 x 25 mm, com região soldada intacta, ou seja, na tubulação como soldada. A amostra foi lixada até a granulação 600. Após esta etapa de preparação a limpeza química foi realizada com imersão em solução de 20% HNO_3 +5% HF , a 60°C durante 5 minutos, conforme NORSOK M-601 [17]. A massa foi determinada através de uma balança analítica Shimadzu AUY 220, com precisão de 0,1 mg. Primeiramente, foram obtidas as dimensões do corpo de prova, obtendo-se a massa inicial. Em seguida, as amostras foram imersas por 24 horas em uma solução contendo 100g de cloreto férrico $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, com 900 ml de água destilada, a uma temperatura de $40 \pm 1^\circ\text{C}$ (estufa). Após o período de tempo do teste, procedeu-se a limpeza, secagem e pesagem final do corpo de prova analisado. A perda de massa ($\% \Delta m$) pode ser determinada pela Equação 2.

$$\% \Delta m = \frac{(m - m_0)}{A t} \quad (2)$$

Onde: m = massa após o ensaio; m_0 = massa antes do ensaio; A = área exposta; t = tempo de ensaio.

Após a determinação da perda de massa, com o corpo de prova devidamente limpo, este foi examinado por meio de um estereomicroscópio, sob a ampliação de 20x, a fim de se detectar pites de corrosão.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 2 apresenta os valores obtidos no ensaio de tração do MB. Todos os valores estão acima do mínimo especificado para o aço UNS 32750 [18], 550 MPa de limite de escoamento, de 800 MPa de limite de resistência e 15% de deformação.

Tabela 2. Propriedades mecânicas em tração do metal de base.

Tensão de escoamento (MPa)	Resistência (MPa)	Alongamento (%)
674	881	34,4

A Tabela 3 apresenta os valores obtidos no ensaio de tração das soldas. Novamente, os valores de limite de resistência estão acima do mínimo especificado, sendo adequado seu emprego na tubulação, do ponto de vista das propriedades mecânicas

Tabela 3. Propriedades mecânicas em tração em amostras transversais à solda.

Amostra	Resistência (MPa)	Local de ruptura
1	936	Na solda
2	900	Na solda

A Figura 3 mostra o aspecto geral do corpo-de-tração testado para avaliação da região soldada. Observa-se uma diminuição na seção transversal na região de fratura, indicando sobre a alta ductilidade do material. Ainda para avaliação da ductilidade da solda, foi realizado o ensaio de dobramento no sentido da face e da raiz. A Tabela 4 e a Figura 4 mostram os resultados do ensaio.

**Figura 3.** Corpos-de-prova de tração após a ruptura.**Tabela 4.** Resultados do ensaio de dobramento.

Tipo	Amostra	Ângulo de dobramento (°)	Resultado
Dobramento da face	1	180	Apresentou fissura <3 mm
Dobramento da face	2	180	Não apresentou fissura
Dobramento da raiz	1	180	Apresentou fissura <3 mm
Dobramento da raiz	2	180	Não apresentou fissura

**Figura 4.** Corpos-de-prova após dobramento: (a) vista da face; (b) vista da raiz.

Os resultados do ensaio de dobramento corroboram a afirmação de que o material era adequado para a aplicação, do ponto de vista das propriedades mecânicas.

A análise da microdureza da região soldada permitiu analisar individualmente as zonas da solda (MB, ZTA e ZF), mostradas na Figura 2. Entretanto, não houve grande diferença na microdureza das diferentes zonas.

Tabela 5. Valores de microdureza nas diferentes zonas da solda.

Eixo	MB			ZTA			ZF			ZTA			MB		
	1	292	294	292	302	312	304	294	279	268	294	304	292	289	294
2	---	---	---	309	309	304	274	289	283	309	309	306	---	---	---

Sendo as características mecânicas da solda adequadas, analisou-se o comportamento químico da solda pelo ensaio de corrosão. A Figura 5 mostra as regiões da face e raiz da solda, antes e após o ensaio de corrosão. A Tabela 5 mostra os resultados de perda de massa do ensaio. Observa-se que o processo corrosivo se processou de forma localizada, na raiz da solda.

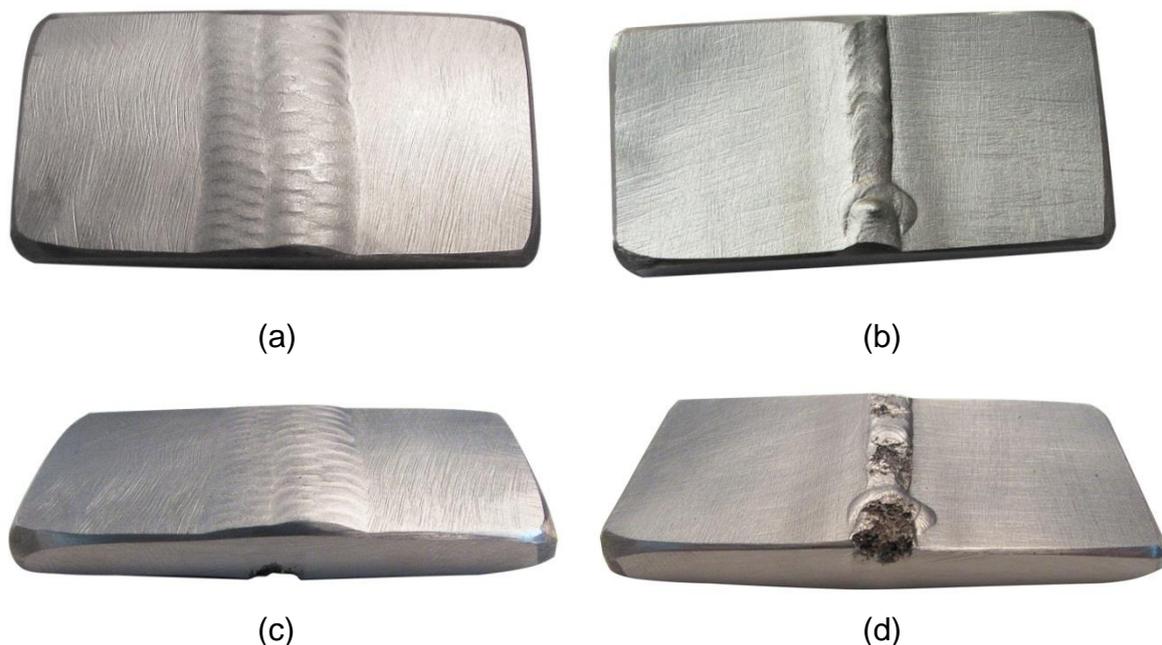


Figura 5. Corpos-de-prova do ensaio de corrosão: (a) face da solda antes do teste; (b) raiz da solda antes do teste; (c) face da solda após 24h de teste; (d) raiz da solda após 24h de teste.

Tabela 6. Resultado de perda de massa obtido no ensaio de corrosão.

Dimensões (mm)	Área em exposição (mm ²)	Massa (g)		Perda de massa (g/m ² .dia)
		Inicial	Final	
49,50 x 25,49 x 4,97	3268,9	48,8940	48,4537	134,69

Para verificar as causas da corrosão, foi realizado um estudo da microestrutura da solda e do metal de base. A Figura 6 apresenta uma macrografia da solda, e as várias zonas podem ser identificadas (ZF, ZTA, MB, face da solda e raiz da solda). A Figura 7, por sua vez, mostra em detalhes as interfaces entre as zonas, além de apresentar os resultados da quantificação da fase ferrita (e austenita, conseqüentemente).

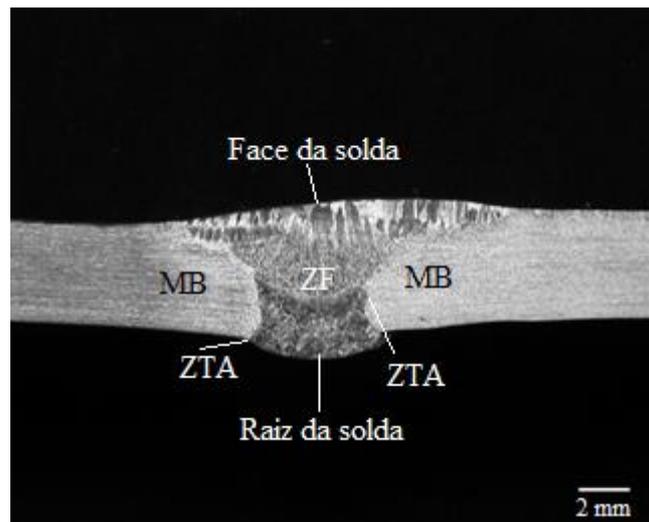


Figura 6. Macrografia da seção transversal da solda (ataque com água régia).

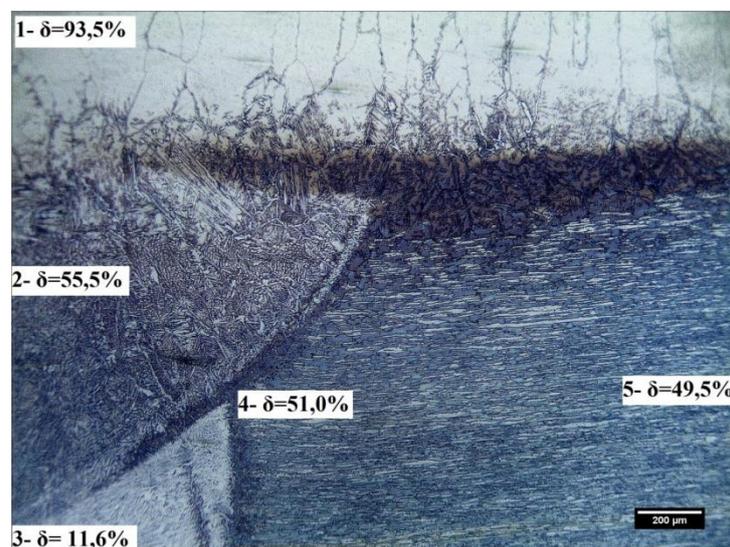
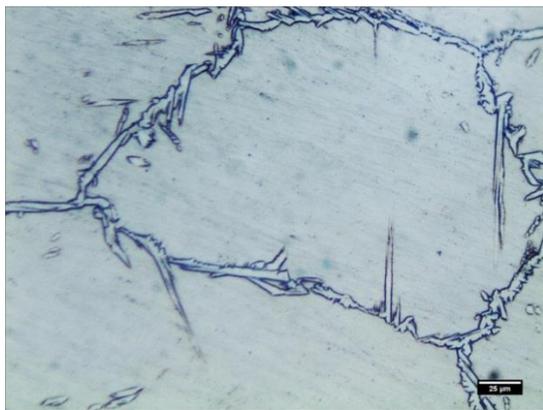


Figura 7. Aspecto geral da microestrutura e teor de ferrita no metal de solda. 1 – Face da solda; 2- Núcleo da solda; 3 – raiz da solda; 4 – zona termicamente afetada; 5 – metal de base. Ampliação 50x, ataque eletrolítico com KOH.

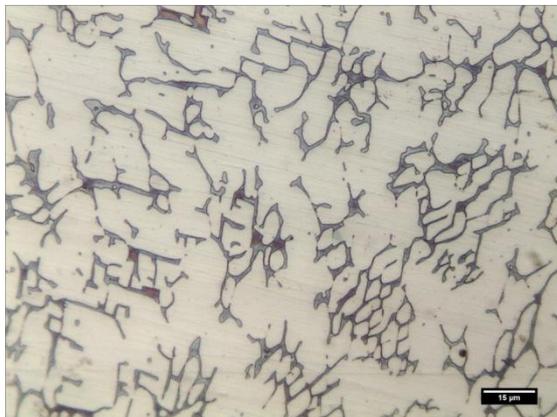
Observa-se pela Figura 7, que, em sua maior parcela, a solda possui microestrutura balanceada de ferrita e austenita, ou seja, existe aproximadamente 50% de ferrita e 50% de austenita. Segundo a NORSOK M-601 [17], o percentual de ferrita requerido para aço inoxidável duplex tipo 22%Cr e 25%Cr, é tipicamente de 30 a 70% na face e raiz da solda. Entretanto, pode-se verificar que existe microestrutura não balanceada na face, bem como na raiz da solda. O fato de haver estrutura predominantemente austenítica na raiz da solda é um problema de maior importância, pois, como observado na Figura 1, a raiz estava orientada para a parte interna do tubo, em contato direto com o fluido rico em cloretos. Sabe-se que água do mar é um fluido rico em cloretos de sódio, de ferro e de magnésio [19], e que a microestrutura austenítica é susceptível à corrosão por pites na presença destes agentes corrosivos. As micrografias da Figura 6 mostram as zonas da Figura 5 em maiores detalhes.



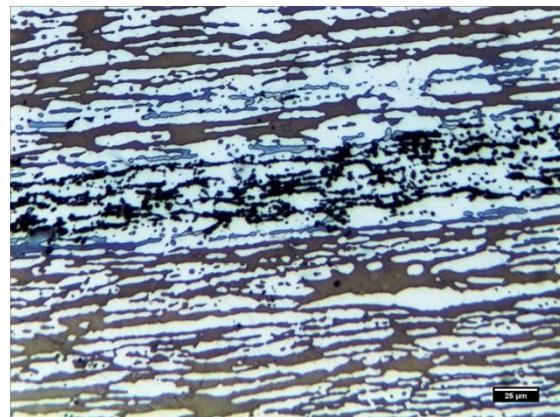
(a)



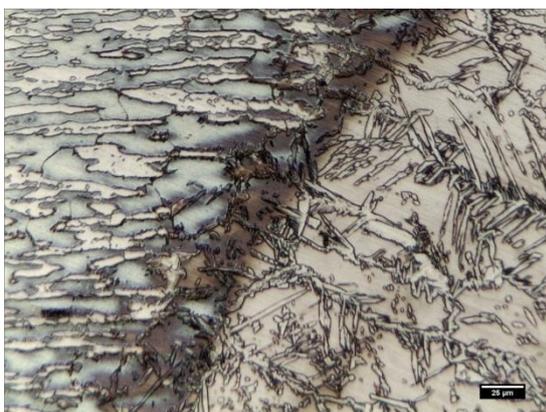
(b)



(c)



(d)



(e)



(f)

Figura 6. (a) face da solda, 400x; (b) núcleo da solda, 800x; (c) raiz da solda, 800x; (d) metal de base, 400x; (e) ZTA adjacente à face da solda, 400x; (f) ZTA adjacente ao núcleo da solda.

4 CONCLUSÃO

No presente trabalho foram realizadas análises metalúrgicas para determinação das causas da falha de uma tubulação soldada de aço UNS 32750, que conduzia água do mar como captada. Foi possível concluir que a falha foi causada pelo baixo teor de ferrita na raiz da solda, de forma que esta se tornou susceptível à corrosão por pites, pela interação eletroquímica com o meio rico em cloretos.

Agradecimentos

Os autores do presente trabalho agradecem à empresa Materials Test Center (MTC), por viabilizar o presente trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 Silva ALC, Mei PR. Aços e Ligas Especiais. 3ª ed. rev. São Paulo: Ed. Blucher; 2010.
- 2 Chiaverini V. Aços e Ferros Fundidos. 7ª ed. ampl. e rev. São Paulo: Ed. ABM; 2012.
- 3 Bernhardsson S, Norberg P, Eriksson H, Forssell O. Selection of Stainless Steels for Refineries and the Petrochemical Industry. *Anti. Corros. Method. M.* 1986; 33(1):14-17.
- 4 Bahar B. Use of Duplex Grades in Offshore Applications: An Expanding Trend. *Stainless Steel World.* 2015 [acesso em: 19 Mai. 2017]. Disponível em: <http://www.stainless-steel-world.net/pdf/use_of_duplex_grades%20in_offshore_%20applications.pdf>.
- 5 Schiroky G, Dam A, Okeremi A, Speed C. Preventing pitting and crevice corrosion of offshore stainless steel tubing. *World Oil.* 2009 [acesso em: 19 Mai. 2017]. Disponível em: <https://www.swagelok.com/~media/About%20Us%20Section/Success%20Story%20Assets/SwagelokSuccessStory_WorldOilApril2009.ashx>.
- 6 Osta, J. Super-duplex Steels that Resist Corrosion in Demanding Topside Oil and Gas Installations. 2013 [acesso em: 19 Mai. 2017]. Disponível em: <<http://smt.sandvik.com/contentassets/2b546ed5563d4f8ea37005bbd4d63738/technical-article-s-tu216-ta-eng.pdf>>.
- 7 Karlsson L. Welding duplex and super duplex stainless steels. *Anti. Corros. Method. M.* 1995; 42:30-35.
- 8 Gooch TG. Corrosion Behavior of Welded Stainless Steel. *Welding Research Supplement.* 1995 [acesso em: 19 Mai. 2017]. Disponível em: <https://app.aws.org/wj/supplement/WJ_1996_05_s135.pdf>.
- 9 ASTM A815. Standard Specification for Wrought Ferritic, Ferritic/Austenitic, and Martensitic Stainless Steel Piping Fittings. American Society for Testing Materials; 2010.
- 10 ASME Boiler and Pressure Vessel Code II Part C. Specification for Welding Rods, Electrodes, and Filler Metals. American Society of Mechanical Engineers. 2015.
- 11 ASME Boiler and Pressure Vessel Code Section IX. Qualification Standard for Welding, Brazing, and Fusion Procedures; Welders; Brazers; and Welding, Brazing, and Fusing Operators. American Society of Mechanical Engineers. 2015.
- 12 ASTM A370. Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products. American Society for Testing Materials; 2014.
- 13 ASTM E92. Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials. American Society for Testing Materials; 2016.
- 14 ASTM E340. Standard Test Methods for Macroetching Metals and Alloys. American Society for Testing Materials; 2006.
- 15 ASTM E562. Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count. American Society for Testing Materials; 2011.

- 16 ASTM G48. Standard Test Method for Pittings and Crevice Corrosion Resistance Alloys by Use of Chloride Solution. American Society for Testing Materials; 2009.
- 17 NORSOK M-601. Welding and Inspection of Piping. NORSOK Standards. 2016.
- 18 ASTM A815. Standard Specification for Wrought Ferritic/Austenitic, and Martensitic Stainless Steel Piping Fittings. American Society for Testing Materials; 2010.
- 19 Gentil V. Água – Ação Corrosiva. In: Corrosão. 3ª ed. Rio de Janeiro: LTC; 1996.