

INFLUÊNCIA DO ALONGAMENTO DOS GRÃOS SOBRE A PERMEABILIDADE DE HIDROGÊNIO DE UM AÇO PARA TUBO API X65 SOUR COM BAIXO TEOR DE Mn*

Viviam Serra Marques Pereira¹
Mario Fernando González Ramírez²
Duberney Hincapie Ladino³
Neusa Alonso-Falleiros⁴
Hélio Goldenstein⁵

Resumo

Aços ARBL são utilizados na fabricação de tubos para transporte de gás natural e petróleo e, devido ao ambiente agressivo, rico em H₂S, em que são aplicados, devem resistir à fragilização por hidrogênio. No presente trabalho, verificou-se qual a influência do alongamento longitudinal dos grãos de um aço API X65, com baixo Mn, sobre a permeabilidade de hidrogênio. O material foi caracterizado com a utilização dos microscópios óptico e eletrônico de varredura e os ensaios de permeabilidade foram conduzidos com base na norma ASTM G 148-97. A microestrutura do aço era composta por ferrita e perlita, com baixo teor de inclusões arredondadas de Al e Ca e sem bandeamento. Com os resultados obtidos a partir dos ensaios de permeabilidade, calcularam-se os coeficientes de difusão efetiva do hidrogênio nas seções longitudinal e transversal do aço, e o valor do primeiro se mostrou levemente superior ao do segundo. Isto indica que pode haver influência do alongamento longitudinal dos grãos sobre a permeabilidade de hidrogênio.

Palavras-chave: Aços ARBL; Baixo Mn; Permeabilidade de hidrogênio.

GRAIN ELONGATION INFLUENCE ON HYDROGEN PERMEATION OF STEEL FOR API X65 SOUR PIPE WITH LOW Mn CONTENT

Abstract

HSLA steels are used as pipelines for crude oil and natural gas transportation and, due to the sour environment in which they are applied, the hydrogen embrittlement resistance is a necessary property. In the present work, the influence of grain elongation on hydrogen permeation of steel for API X65 sour pipe with low Mn content was analyzed. Optical and Scanning Electron Microscopy techniques were used to characterize the material and the hydrogen permeation tests were conducted based on the ASTM G 148-97 standard. The steel has a microstructure composed of ferrite and pearlite, low content of rounded shape Al and Ca inclusions and do not show microstructure banding. The effective hydrogen diffusion coefficient was calculated for the longitudinal and transversal directions of the steel sheet, the former being slightly higher than the latter. This result indicates that the hydrogen permeation may be influenced by the grain alignment.

Keywords: HSLA steels; Low Mn; Hydrogen permeation.

¹ Eng. de Materiais, Depto. Eng. Metal. Mat., EPUSP, São Paulo, SP, Brasil.

² Eng. Doutor, Depto. Eng. Metal. Mat., EPUSP, São Paulo, SP, Brasil.

³ Eng. Mestre, Depto. Eng. Metal. Mat., EPUSP, São Paulo, SP, Brasil.

⁴ Professora Doutora, Depto. Eng. Metal. Mat., EPUSP, São Paulo, SP, Brasil.

⁵ Professor Titular, Depto. Eng. Metal. Mat., EPUSP, São Paulo, SP, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Aços de alta resistência e baixa liga têm sido extensivamente utilizados para fabricação de dutos transportadores de petróleo e gás natural devido a suas propriedades, tais como, boa relação resistência/peso, alto limite de escoamento (275-450 MPa), tenacidade à fratura, resistência à fadiga, altas capacidades de trabalhabilidade e de soldabilidade. [1,2] No entanto, o meio rico em H₂S, ácidos e água, em que os recursos energéticos se encontram, acaba sendo prejudicial para estes aços: programas de inspeções indicam que fração considerável das falhas dos equipamentos usados na indústria do petróleo são atribuídas, em algum grau, a danos por hidrogênio. [3] Assim, outro requisito importante que esses materiais devem possuir é resistência à fragilização por hidrogênio, além da resistência à corrosão.

O H₂S presente nas jazidas impede que íons H⁺, oriundos dos eventuais ácidos encontrados no ambiente, ou de reação do próprio H₂S com o ferro do aço, se transformem em H₂ e migrem para a atmosfera. Os íons H⁺ podem ser, então, reduzidos a átomos de H, que tendem a sofrer adsorção pela superfície do aço. Posteriormente, os átomos de H se difundem, ou seja, são absorvidos pelo volume do material e, a partir daí, dependendo da presença/ausência de tensões residuais ou aplicadas, o aço pode ser comprometido por diferentes mecanismos. [4,5] Na ausência de tensões aplicadas, o H que é difundido pela estrutura do aço pode formar em seu interior bolhas de H₂, soluções sólidas, produtos gasosos que contenham H e elementos de liga, hidretos, entre outros. [6] Estes compostos podem induzir ao trincamento do aço, ou seja, fragilizam o material, ou, ainda, podem provocar a degradação de suas propriedades mecânicas sem levá-lo à fratura. O trincamento é mais facilmente iniciado em regiões com concentradores de tensão, como microconstituintes de alta dureza e inclusões não metálicas. Na presença de tensões, aplicadas ou residuais, a falha pode acontecer tanto por corrosão sob tensão assistida por sulfeto (*Sulfide Stress Corrosion Cracking – SSCC*) ou por trincamento induzido por hidrogênio orientado sob tensão (*Stress Oriented Hydrogen Induced Cracking – SOHIC*). [3]

As características microestruturais dos aços afetam a difusão dos átomos de H em seu interior. Os microconstituintes presentes, os contornos de grão, os formatos dos grãos, a presença de lacunas e de discordâncias, interfaces com inclusões não metálicas, precipitados e átomos substitucionais podem atuar como armadilhas, ou sítios de aprisionamento de hidrogênio. [7,8] Estas armadilhas (*traps*) são classificadas como reversíveis ou irreversíveis em função do valor da energia de ligação com o átomo de H. Quando a energia de ligação é baixa, tal como acontece com contornos de grãos, discordâncias e microvazios, o *trap* é considerado reversível; quando a energia de ligação é alta, como é o caso de inclusões não metálicas e precipitados, o *trap* é classificado como irreversível. [7,9] Os contornos de grão, contudo, dependendo de seu formato e alongamento, podem auxiliar na movimentação dos átomos, atuando como caminhos mais rápidos de difusão. [7,10] Os elementos de liga mais utilizados em aços ARBL são Mn, Nb, V, Ti, Mo, Ni e Cu; dentre eles, o Mn apresenta efeitos contraditórios para as propriedades mecânicas destes aços. Apesar de ser um elemento usado para aumentar a resistência do material pelo mecanismo de endurecimento por solução sólida, teores maiores do que 1,2% em massa podem provocar segregação e bandeamento no material, o que pode comprometer a resistência aos danos provocados pelo hidrogênio. Ainda, o Mn

pode formar inclusões alongadas com o S, que normalmente tem concentração restrita a 0,001 e 0,002% em massa, consistindo em *traps* para os átomos de H. [11] Recentemente foram desenvolvidas ligas com porcentagens de Mn ainda menores, em torno de 0,3% em massa, com propriedades mais interessantes para aplicações em ambientes *sour*. [11] Estes aços devem apresentar microestrutura altamente limpa, sem segregação e sem bandejamento. Os principais microconstituintes observados nestes tipos de aço são ferrita/perlita e ferrita/ferrita acicular [12]. Com base nos tópicos expostos acima, o trabalho teve como principais objetivos: (1) caracterizar um aço com teor de 0,5% em peso de Mn, obtido pelo método de laminação controlada e (2) avaliar qual a influência do alongamento dos grãos presentes na microestrutura do aço sobre os resultados obtidos pela técnica de permeabilidade de hidrogênio.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Material

A composição da liga avaliada, em porcentagem mássica, é apresentada pela Tabela 1. O material consistiu de parte de uma bobina de aço microligado, destinada à produção de tubos API 5L X65 para aplicações em ambientes *sour*, o qual se diferencia da maioria dos aços X65 comerciais pelo menor teor de Mn.

Tabela 1. Composição química, em % em massa, do aço estudado.

| Elemento | C | Si | Mn | P | S | Cr | Ni | Al | Cu | Nb | N |
|------------|-------|-------|-------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| % em massa | 0,039 | 0,224 | 0,536 | 0,007 | 0,0011 | 0,438 | 0,140 | 0,023 | 0,270 | 0,089 | 0,0047 |

2.2. Métodos

2.2.1. Caracterização microestrutural

Amostras longitudinais e transversais ao sentido de laminação foram cortadas para o estudo. As amostras foram lixadas, polidas e atacadas com Nital 2%; depois, foram feitas imagens nos microscópios óptico e eletrônico de varredura, pertencentes ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP.

2.2.2. Ensaios de permeabilidade de hidrogênio

Assim como para a caracterização microestrutural, foram usadas amostras cortadas longitudinal e transversalmente ao sentido de laminação da bobina. Para cada condição foram realizados 2 ensaios de permeabilidade.

Todas as amostras apresentavam espessuras de, aproximadamente, 1 mm; as amostras longitudinais se encontravam em formato de trapézio, com área de 2 cm² e as amostras longitudinais foram obtidas como chapas retangulares de área 4 cm². Os ensaios foram realizados baseados na Norma ASTM G 148-97 [13], seguindo a metodologia desenvolvida pelo grupo de pesquisa do LPE/LabH2S do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP [14].

O procedimento pode ser dividido em quatro etapas: preparo das amostras para o ensaio, recobrimento metálico (niquelação) de uma das faces da amostra, remoção do hidrogênio da amostra e permeabilidade de hidrogênio. Após o corte das amostras em lâminas de ~1mm de espessura, uma de suas faces foi lixada até 600 *meshes* e, a outra, até 1200 *meshes*. Nesta segunda face foi feito o recobrimento com níquel (niquelação), para impedir a sua corrosão nas etapas seguintes.

Para as duas últimas etapas foram usadas duas células eletroquímicas conectadas entre si através da amostra analisada. A Figura 1 apresenta uma fotografia do sistema formado pelas células e a amostra.

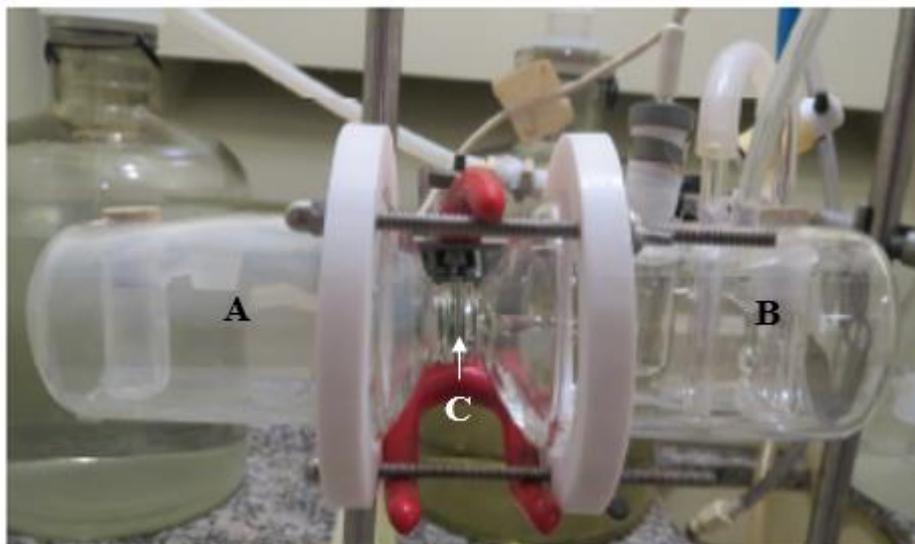


Figura 1. Células eletroquímicas montadas para ensaio de permeabilidade. Em (A) tem-se a célula de geração de hidrogênio, em (B), a célula de oxidação e em (C) a amostra. Retirado de [14].

Na Figura 1, a célula de geração de hidrogênio é indicada por (A); a célula de oxidação é indicada por (B) e a amostra, por (C). Para as duas últimas etapas foram usadas duas soluções diferentes: solução A, composta por 5% NaCl, 0,5% CH₃COOH (ácido acético) e água, saturada por H₂S, e solução aquosa de 0,2 M NaOH. As células eletroquímicas e as soluções foram desaeradas previamente, por meio da injeção de N₂ ao sistema. Na célula de oxidação são colocados o eletrodo de referência de Ag/AgCl e o contra eletrodo de platina; estes dois eletrodos e a amostra (eletrodo de trabalho) são conectados ao potenciostato.

Primeiro, a célula de oxidação foi preenchida com a solução desaerada de 0,2 M NaOH e fez-se a remoção de átomos de hidrogênio da amostra, mediante a aplicação de potencial de +200mV, Ag/AgCl. Depois, a célula de geração de hidrogênio foi preenchida com solução A desaerada e saturada com H₂S para que a etapa de permeabilidade ocorresse.

O potenciostato utilizado foi o PAR 273A da marca EG&G, juntamente do *software Power Suite 2.58*.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Caracterização Microestrutural

A Figura 2 apresenta micrografias feitas com elétrons secundários das seções longitudinal e transversal da placa do aço X65.

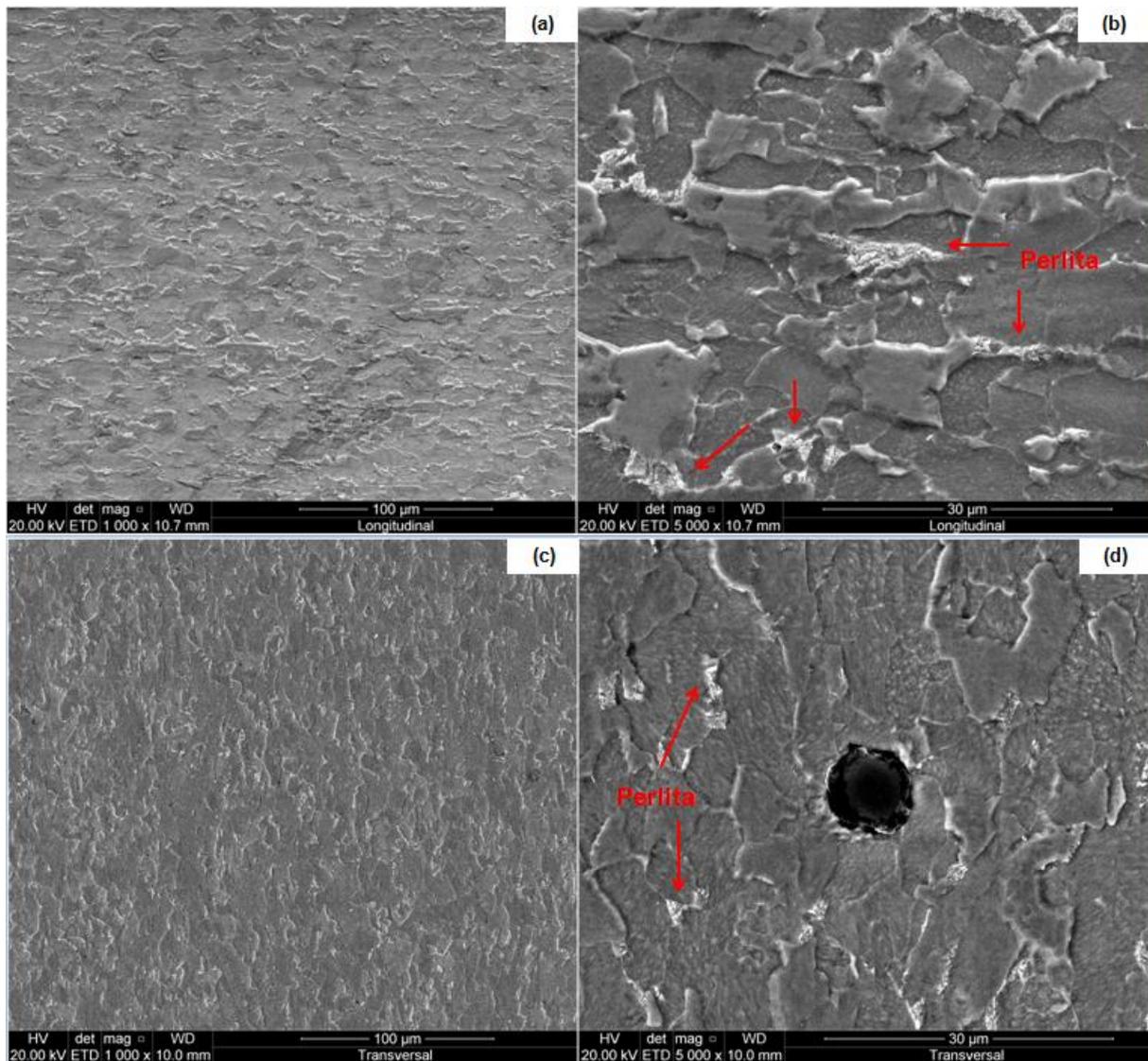


Figura 2. Imagens de elétrons secundários com aumento de 1000x e 5000x. (a) e (b) amostra longitudinal; (c) e (d) amostra transversal, com presença de inclusão. Ataque: Nital 2%.

A microestrutura do material (Figura 2) se mostrou homogênea, sem bandejamento, ao longo de cada amostra. Em princípio, quando se secciona uma placa de aço laminada, espera-se que a seção longitudinal apresente um alongamento significativo dos grãos, enquanto que a seção transversal tende a mostrar um arredondamento dos mesmos. No presente caso, é quase imperceptível a diferença de alongamento dos grãos entre as duas seções. Isso se deve ao processo de laminação HTP (High Temperature Process) utilizado. Vale mencionar que esse grau de homogeneidade obtido nessa placa leva ao aumento da resistência aos danos provocados pelo hidrogênio. Por meio destas micrografias, nota-se que os principais microconstituintes presentes no aço são a ferrita e a perlita (Figura 2b e 2d).

As inclusões no material também foram avaliadas. Qualitativamente, observou-se que o teor de inclusões é baixo, sua distribuição pelas diferentes seções analisadas é homogênea, que se encontram dispersas de maneira aleatória pelo material, têm formato aproximadamente esférico e possuem pequenas dimensões, da ordem de 1 a 4 μm .

A Figura 3 contém uma micrografia obtida por MEV que mostra inclusões presentes na amostra longitudinal. Ainda, foi inserido na Figura 3 um detalhe que mostra uma

das inclusões em aumento de 5000x. A Tabela 2 apresenta os resultados da análise química realizada por EDS em uma das inclusões, identificada na Figura 3.

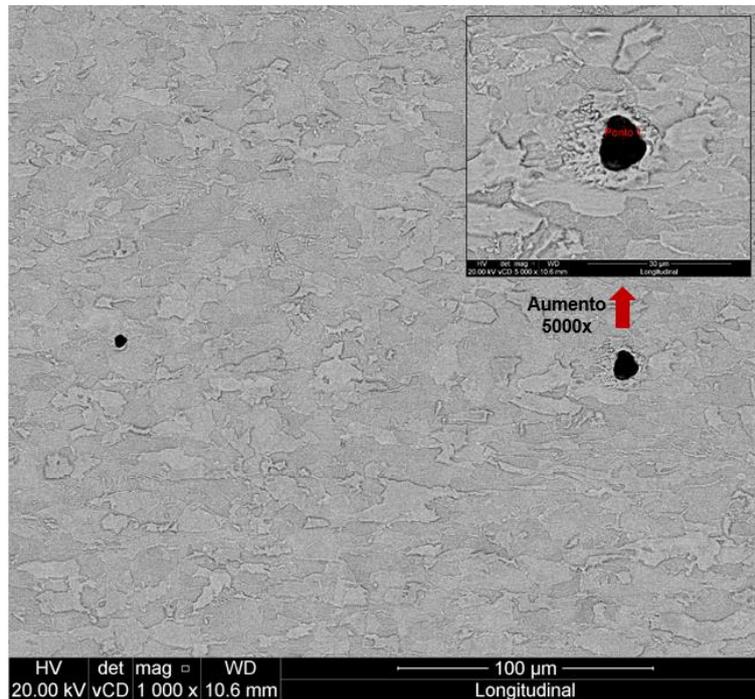


Figura 3. Imagem de elétrons retroespalhados das inclusões na amostra longitudinal, aumento de 1000x. O detalhe inserido na imagem corresponde à inclusão indicada, em aumento de 5000x, elétrons retroespalhados.

Tabela 2. Composição química da inclusão mostrada em detalhe pela Figura 3, obtida por EDS.

| Elemento | O | Mg | Al | S | Ca | Fe |
|-----------|-------|------|-------|------|-------|------|
| % em peso | 29,99 | 1,09 | 38,06 | 2,22 | 18,93 | 7,76 |

Todas as inclusões analisadas apresentaram morfologia, tamanho e composição similares às mostradas pela Figura 3 e Tabela 2. Nas análises realizadas por EDS não foram encontradas inclusões de MnS. Estas últimas, junto da formação de estruturas bandeadas e de segregação de átomos substitucionais e intersticiais, correspondem aos componentes microestruturais que mais prejudicam a resistência ao trincamento induzido por hidrogênio. O seu formato alongado confere alta energia superficial às suas extremidades pontiagudas, que, então, atraem átomos de hidrogênio para se ligarem a elas e, assim, fragilizam o material. [5,11]

3.2. Permeabilidade de Hidrogênio

Os ensaios de permeabilidade de hidrogênio forneceram curvas de corrente (A) em função do tempo (s), que foram normalizadas. A normalização dos dados foi feita a partir da Equação (1), seguindo as recomendações da norma ASTM G148-97 [13].

$$J = \frac{I}{AF} \quad (1)$$

Onde J é o fluxo de hidrogênio atômico, I/A é a densidade de corrente e F a constante de Faraday. O fluxo normalizado é adimensional, dado pela razão do fluxo instantâneo J(t) e do fluxo no estado estacionário J_{ss}. [13]

Exemplos das curvas normalizadas estão apresentados na Figura 4.

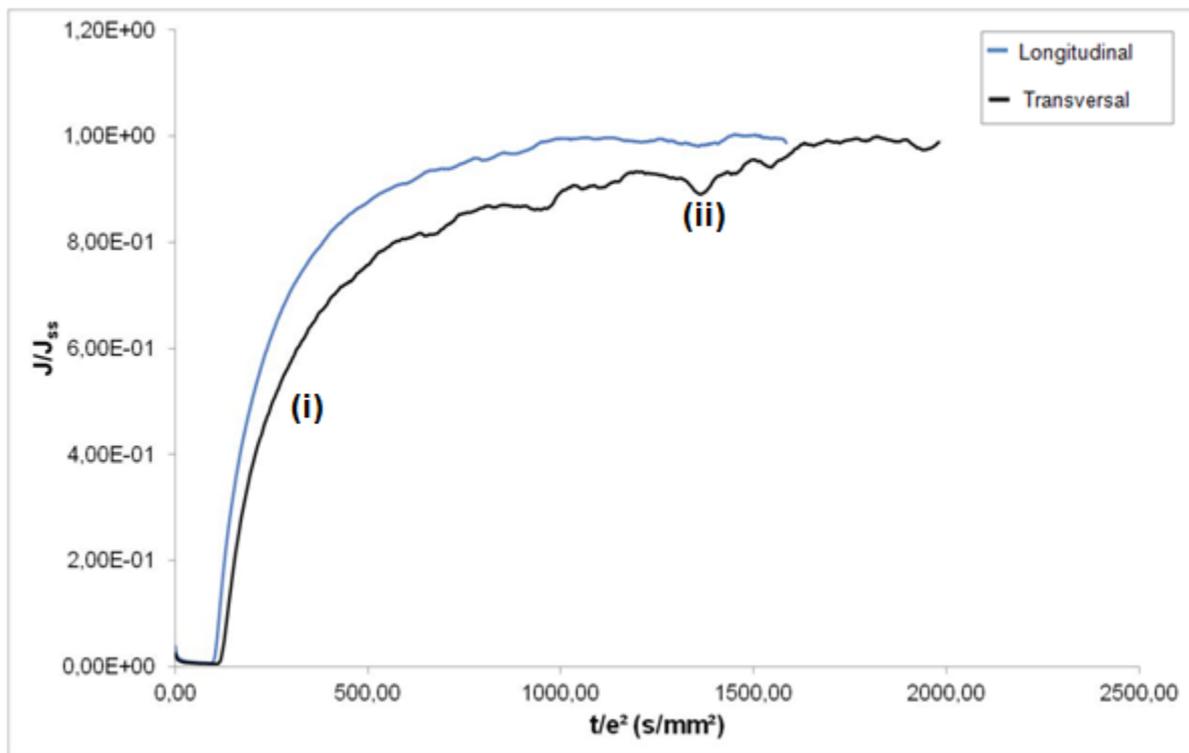
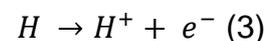


Figura 4. Curvas normalizadas de permeabilidade de hidrogênio para amostras transversal (preto) e longitudinal (azul).

As curvas apresentam duas principais regiões: (i) transitente, com J/J_{ss} aumentando em função do tempo e (ii) estado estacionário, em que J/J_{ss} é constante ao longo do tempo. Em (i) os átomos de hidrogênio penetram a face da amostra voltada para a célula redutora (geração de hidrogênio), atravessam o material e atingem a face da amostra voltada para a célula de oxidação, na qual são detectados. Quando a quantidade de átomos de hidrogênio que são absorvidos pela amostra se torna igual à quantidade de átomos que deixam a amostra, se tem o estado estacionário, que corresponde à parte (ii) da curva.

A corrente eletroquímica medida pelo potenciostato tem origem na oxidação dos átomos de hidrogênio que, ao serem expostos à célula de oxidação, quando atravessam a amostra, se oxidam formando íons H^+ e elétrons. A equação 3 mostra a reação descrita:



A partir das curvas mostradas pela Figura 4, é possível calcular o coeficiente de difusão efetiva do hidrogênio no aço (D_{eff}), ou seja, que considera a presença de *traps* reversíveis e irreversíveis na estrutura do material. Este coeficiente é obtido com a Equação (4) e com o valor de t_{lag} , encontrado nas curvas:

$$D_{eff} = \frac{e^2}{6t_{lag}} \quad (4)$$

Onde t_{lag} é o tempo em que $J(t)/J_{ss} = 0,63$. [13,15,16]

A Tabela 3 apresenta os valores, para cada tipo de amostra, do t_{lag} , dos coeficientes de difusão efetiva, dos ensaios realizados.

Tabela 3. Valores de t_{lag} e coeficientes de difusão efetiva do hidrogênio (D_{eff}) obtidos a partir das curvas de permeabilidade.

| Amostra | t_{lag} | D_{eff} (mm ² /s) |
|--------------|-----------|--------------------------------|
| Longitudinal | 251,7 | $6,6 \times 10^{-4}$ |
| | 313,1 | $5,3 \times 10^{-4}$ |
| Transversal | 365,5 | $4,7 \times 10^{-4}$ |
| | 341,3 | $4,9 \times 10^{-4}$ |

O coeficiente de difusão para a condição longitudinal se mostrou pouco maior do que o transversal. A primeira hipótese para tal comportamento é que os grãos alongados da amostra longitudinal auxiliem na difusão dos átomos de hidrogênio. Tau e Chan, em 1996, [10] encontraram diferenças significativas para o D_{eff} de um aço AISI 4130, bandeado (estrutura de lamelas de ferrita e perlita) em função da direção ensaiada; para Tau e Chan [10], o D_{eff} diminuiu na sequência: longitudinal, transversal e topo. Essa diminuição do D_{eff} foi relacionada à presença de ilhas de perlita e de outros obstáculos na direção de fluxo considerada – na direção longitudinal os átomos de hidrogênio encontram uma quantidade menor de obstáculos ao seu movimento. No entanto, no presente trabalho, não há bandejamento, e há poucas ilhas de perlita. Pode-se, inclusive, considerar que a estrutura da placa de aço X65 é quase randômica, devido à uniformidade da microestrutura encontrada nas seções transversal e longitudinal (Figura 2). Isso justifica a proximidade entre os D_{eff} calculados no presente trabalho. Tau e Chan [10] também fizeram investigações para aço com estrutura randômica e encontraram coeficientes de difusão efetiva muito próximos para as duas seções (longitudinal e transversal).

Outra explicação para o valor levemente superior do D_{eff} das amostras longitudinais, e que não consta no trabalho de Tau e Chan [10], envolve a ideia de que quantidades diferentes de interface (contornos de grão) são expostas ao fluxo de hidrogênio, dependendo do tipo de seção ensaiada (se é longitudinal ou transversal). A princípio, considerou-se que uma maior quantidade de contornos de grão permitiria maior entrada de átomos de hidrogênio no material, levando a um fluxo atômico mais intenso e a um coeficiente de difusão efetiva de hidrogênio mais elevado. Com esta linha de raciocínio seria possível dizer que, então, a amostra longitudinal teria maior quantidade de contornos de grãos disponíveis para entrada de hidrogênio. A fim de se explorar mais detalhadamente esta hipótese, foram feitas medidas quantitativas da área de contornos de grão por unidade de volume (S_v) para cada amostra. O método usado foi o do intercepto circular de Hilliard [17] e foram feitas nove medidas para cada tipo de amostra. A Tabela 4 mostra os valores médios de S_v , de $N_{intercepted}$ (número de grãos interceptados pela linha da circunferência), N_L ($N_{intercepted}$ por unidade de comprimento de circunferência), e seus respectivos desvios padrão.

Tabela 4. Valores médios de S_v e seus respectivos desvios padrão.

| Amostra | $\bar{N}_{intercepted}$ | \bar{N}_L (μm^{-1}) | \bar{S}_v ($\mu\text{m}^2/\mu\text{m}^3$) |
|--------------|-------------------------|------------------------------------|---|
| Longitudinal | $16,11 \pm 3,52$ | $247,67 \pm 54,05$ | $495,35 \pm 108,10$ |
| Transversal | $19,22 \pm 2,54$ | $295,50 \pm 39,03$ | $591,00 \pm 78,05$ |

Os valores de S_v mostrados pela Tabela 4 contradizem a hipótese de que uma maior quantidade de contornos de grão facilitaria a entrada dos átomos de hidrogênio no material, uma vez que a amostra transversal apresenta mais contornos de grão e

tem menor coeficiente de difusão efetiva. Contudo, estes resultados da Tabela 4 acabam por dar mais força para a primeira explicação mencionada, lembrando, porém, que o aço X65 do presente trabalho possui poucas ilhas de perlita e que, até o momento, não foi observada diferença na quantidade delas nas direções estudadas. Apesar de ter menor quantidade de contornos de grão, a amostra longitudinal tem maior D_{eff} , sugerindo que a movimentação dos átomos de hidrogênio, no momento de sua entrada, ocorre mais facilmente. Os próprios contornos de grão “em excesso” da amostra transversal poderiam, então, atuar como obstáculos para os átomos de hidrogênio.

Ainda, uma terceira hipótese a ser explorada em trabalhos futuros, seria o efeito de uma provável textura cristalográfica, a qual provocaria esta anisotropia da difusão de hidrogênio.

4 CONCLUSÃO

A microestrutura do material se mostrou homogênea nas diferentes seções analisadas, composta por ferrita e perlita, sem a presença de bandejamento e com poucas inclusões arredondadas de Al, Ca e O. As amostras longitudinais apresentaram grãos apenas levemente alongados, devido ao processo de laminação, o que pode ser uma vantagem quanto à resistência aos danos por hidrogênio. Os ensaios de permeabilidade de hidrogênio permitiram o cálculo de coeficientes de difusão efetiva do hidrogênio nas diferentes seções da amostra. O coeficiente de difusão na seção longitudinal tem valor levemente maior do que o transversal. Medidas quantitativas de área de contorno de grão por unidade de volume foram realizadas para as duas amostras e a amostra transversal foi a que apresentou maior quantidade de contornos de grãos. Uma possível explicação que relaciona os resultados de metalografia quantitativa com os de permeabilidade de hidrogênio é que a maior quantidade de contornos de grão da amostra transversal acabaria por prejudicar a movimentação dos átomos em seu interior, durante a sua entrada, diminuindo, assim, o coeficiente de difusão efetiva.

Agradecimentos

À CAPES, pela bolsa de mestrado concedida, e ao LabH2S/PMT, pela estrutura e auxílio para execução dos ensaios de permeabilidade de hidrogênio.

REFERÊNCIAS

- 1 Fragieli A, Schouwenaarf R, Guardián R, Pérez R. Microstructural characteristics of different commercially available API 5L X65 steels. *Journal of New Materials for Electrochemical Systems*. 2005;8:115-119.
- 2 Chiaverini V. Aços e ferros fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos. 7ª edição. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais; 2008.
- 3 Carneiro RA, Ratnapuli RC, Lins VFC. Influence of chemical composition and microstructure of API linepipe steels on hydrogen induced cracking and sulfide stress corrosion cracking. *Materials Science and Engineering A*. 2003;357:104-110.
- 4 Al-Mansour M, Alfantazi AM, El-boujdaini M. Sulfide stress cracking resistance of API-X100 high strength low alloy steel. *Materials and Design*. 2009;30:4088-4094.

- 5 Ramírez MFG. Influência da microestrutura nas propriedades mecânicas e na fragilização por hidrogênio em um aço microligado [tese de doutorado]. São Paulo: Universidade de São Paulo; 2012.
- 6 Davis JR. Corrosion: understanding the basics. Estados Unidos: ASM International; 2000.
- 7 Haq AJ, Mukaza K, Dunne DP, Calka A, Pereloma EV. Effect of microstructure and composition on hydrogen permeation in X70 pipelines steels. International Journal of Hydrogen Energy. 2013; 38:2544-2556.
- 8 Svoboda J, Mori G, Prethaler A, Fischer FD. Determination of trapping parameters and the chemical diffusion coefficient from hydrogen permeation experiments. Corrosion Science. 2014;82: 93-100.
- 9 Ladino DH. Resistência à corrosão e ao trincamento induzido por hidrogênio de aços para tubos API 5L X65 [dissertação de mestrado]. São Paulo: Universidade de São Paulo; 2012.
- 10 Tau L, Chan SLI. Effects of ferrite/pearlite alignment on the hydrogen permeation in a AISI 4130 steel. Materials Letters. 1996;29: 143-147.
- 11 Nayak SS, Misra RDK, Hartmann J, Siciliano F, Gray JM. Microstructure and properties of low manganese and niobium containing HIC pipeline steel. Materials Science and Engineering A. 2008;494: 456-463.
- 12 Stalheim DG, Barnes KR, McCutcheon DB. Alloy designs for high strength oil and gas transmission linepipe steels. In: The Minerals, Metals & Materials Society. Anais do International Symposium on Microalloyed Steels for the Oil and Gas Industry; 2006; Araxá, Brasil; p. 73-108.
- 13 ASTM International. G148-97: Standard practice for evaluation of hydrogen uptake, permeation, and transport in metals by an electrochemical technique. Estados Unidos, 2003. 10p.
- 14 Doyama LH. Implementação do ensaio de permeabilidade de hidrogênio no LabH2S do PMT/EPUSP [monografia]. São Paulo: Universidade de São Paulo; 2013.
- 15 Manolatos P, Jerome M, Galland J. Necessity of a palladium coating to ensure hydrogen oxidation during electrochemical permeation measurements on iron. Electrochimica Acta. 1995; 40 (7): 867-871.
- 16 Devanathan MAV, Stachurski Z. The adsorption and diffusion of electrolytic hydrogen in palladium. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences. 1962; 270(1340): p. 90-102.
- 17 ASTM International. E112-13: Standard tests methods for determining average grain size. Estados Unidos, 2013. 28p