

# INFLUÊNCIA DO NIÓBIO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS, CORROSÃO SOB TENSÃO E SOLDABILIDADE DE AÇOS API 5L X70\*

Kioshy Santos de Assis<sup>1</sup>  
Marcelo Carboneri Carbon<sup>2</sup>  
Oscar Rosa Mattos<sup>3</sup>

## Resumo

O desenvolvimento de aços baixa liga e alta resistência (ARBL) tornou-se um desafio constante para a indústria. Enfoques como o aumento de resistência mecânica para espessuras menores tem um forte apelo técnico-científico. Modificações na composição química bem como o refino de grão são ações que apresentam um benéfico sinergismo neste sentido. Um elemento que atua nos dois sentidos supracitados é o nióbio (Nb), pois sua presença na composição química durante o processamento termomecânico promove o refino de grão e possibilita a obtenção de chapas de menores espessuras e com excelentes propriedades mecânicas. Entretanto, a adição do Nb como elemento de liga ficou restrita a percentuais em peso abaixo de 0.05%, devido à redução na soldabilidade encontrada em aços desenvolvidos com técnicas ineficientes de redução do carbono. Contudo, com técnicas mais efetivas de redução utilizadas na aciaria, torna uma alternativa o desenvolvimento de aços com maiores percentuais em peso de Nb, visando a produção de aços com maior resistência mecânica, menores espessuras e com boa soldabilidade. O objetivo do trabalho é apresentar resultados acerca da influência do Nb soldabilidade de um aço API 5L X70.

**Palavras-chave:** ARBL; Nióbio; Soldabilidade; Refino de grão.

## INFLUENCE OF NIOBIUM IN THE MECHANICAL PROPERTIES, STRESS CORROSION CRACKING AND WELDABILITY OF API 5L X70 STEELS

### Abstract

The development of high strength and low alloy (HSLA) steels became a constant challenge to industry. Approaches as the increase of mechanical resistance for low thickness has a strong technical-scientific appeal. Changes in the chemical composition as well as on grain refinement are actions that present a good synergy in this way. An element that work both ways is niobium (Nb), because its presence in the chemical composition during the thermomechanical processing promotegrain refinement and enables to obtain steel plates with lower thickness and excellent mechanical properties. However, the addition of the Nb as alloying element was restricted to percentagesin weight below 0.05%, due to reduction on the weldabilityof steels developed from inefficient processing in reduction of carbon. Nevertheless, the more efficient techniques developedfor processing in steelworks made possible to manufacture steels with higher percentage of Nb in weight, aiming the development ofproductswith better mechanical properties, lower thickness and with good weldability. The aim of this work is to present results about influence of Nb in the weldability of one API 5L X70 steel.

**Keywords:** HSLA; Niobium, Weldability, Grain refining.

<sup>1</sup> Engenheiro Metalurgista, M.Sc., Laboratório de Ensaios Não Destrutivos, Corrosão e Soldagem - LNDC/COPPE/UFRJ, RJ, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheiro Metalurgista, M.Sc. Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração – CBMM, MG, Brasil.

<sup>3</sup> Professor Titular, D.Sc., Laboratório de Ensaios Não Destrutivos, Corrosão e Soldagem - LNDC/COPPE/UFRJ, RJ, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

Aços alta resistência e baixa liga obtiveram avanço expressivo no aumento de resistência mecânica devido ao desenvolvimento do processo de laminação controlada com o resfriamento controlado (LCRC) [1]. Os principais efeitos microestruturais responsáveis pelo aumento da resistência mecânica são o refino dos grãos ferríticos, aumento da fração volumétrica de contornos de baixo ângulo (subgrãos) e aumento na densidade de discordâncias [1]. Todos esses efeitos são atingidos com redução do percentual em peso de carbono, o que possibilita ainda o desenvolvimento de aços com melhor soldabilidade. Entretanto, devido a redução do percentual em peso de carbono, importante elemento austenitizante, que atua no sentido de maximizar a área correspondente aos grãos de austenita prévia por unidade de volume, há necessidade de adicionar elementos de liga tenham influência direta no refino de grão. Dentre os principais elementos de liga utilizados com esta finalidade o nióbio é o que tem maior aplicação devido à capacidade de permanecer estável na forma de carbonetos finamente dispersos, garantindo assim sítios de nucleação e crescimento de grãos ferríticos a partir dos grãos de austenita prévia e funciona como barreira ao crescimento dos mesmos na temperatura de processamento durante o procedimento de LCRC [2]. Com isso, o produto obtido apresenta excelentes propriedades mecânicas e tenacidade à fratura. Britto e colaboradores (1981) [3], apresentaram resultados comparativos com dois aços com teores de Nb variando entre 0.03% e 0.13%. Foi observado pelos autores que o endurecimento por dispersão de carbonitretos de nióbio, tipo Nb (C,N), ocorre durante a transformação da austenita em ferrita.

Devido a problemas nas técnicas de redução do carbono durante a etapa de refino do ferro gusa, os percentuais em peso deste elemento permaneciam altos durante a etapa de ajuste de composição química do aço na aciaria. Logo, a adição de Nb com a finalidade de refino de grão apresentou sucesso para o metal de base mas acarretava perda de tenacidade na região termicamente afetada pelo calor (ZTA) devido a precipitação excessiva de carbonetos nos contornos de grão nesta região [4].

Entretanto, o desenvolvimento de técnicas de redução de carbono utilizando sopros de oxigênio e argônio reduziu drasticamente o percentual em peso deste elemento e com isso, o uso de aços com percentuais em peso de Nb acima de 0.05% torna-se uma alternativa para a indústria dada a excelente relação espessura / propriedades mecânicas e melhora na soldabilidade.

O objetivo deste trabalho é apresentar um estudo acerca da influência do Nb na soldabilidade de um aço especificação API 5L X70 [8].

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para o desenvolvimento do trabalho foram utilizados dois tubos de aços onde as principais diferenças estão no diâmetro interno, espessura de parede e no elemento de liga utilizado para refino de grão: um deles utiliza-se 0,03% de vanádio e no outro 0,095% de nióbio. As dimensões dos tubos utilizados, bem como as composições químicas estão descritas nas tabelas 1, 2 e 3, respectivamente.

**Tabela 1:** Dimensional dos materiais utilizados

Material	Diâmetro interno [mm]	Espessura de parede [mm]
X70A <sup>(*)</sup>	812,80	15,0
X70B	508,00	25,4

(\*) Material de interesse do presente trabalho

**Tabela 2:** Composição química do aço X70A (% em peso)

C	Mn	P	S	Si	Cu	Ni	Nb	Al	Cr	Ti	N
0,05	1,55	0,012	0,002	0,12	0,24	0,13	0,095	0,037	0,23	0,011	0,0065

**Tabela 3:** Composição química do aço X70B (% em peso)

C	Mn	P	S	Si	V	Ni	Cu	Al	Cr	Ti	N
0,08	1,63	0,002	0,004	0,15	0,03	0,16	0,137	0,019	0,02	0,017	0,0050

Foram realizadas soldagem na posição 5G, com processo manual GMAW-CCC nos passes de raiz e reforço (soldagem a arco elétrico com proteção gasosa e modo de transferência metálica com curto-circuito controlado) e FCAW (arame tubular com proteção gasosa) para os passes de enchimento e acabamento.

Foram realizados testes de Charpy V com entalhes posicionados na linha de fusão (nas temperaturas  $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ,  $-40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  e  $-60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ), tração no metal de base e na junta soldada, abertura crítica da ponta da trinca (CTOD, seguindo procedimento descrito nas normas BS 7448-1 [5] e BS 7448-2 [6]) à  $-20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ , testes de dureza Vickers com carga de 10 kgf (HV10) e corrosão sob tensão por aplicação de carregamento por flexão em quatro pontos (SSC-FPBT, seguindo procedimento descrito na norma ISO 7539-2 [7]).

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os parâmetros essenciais de soldagem e parâmetros adicionais importantes são utilizados para confecção das soldas testes a partir dos metais de base X70A e X70B são apresentados nas tabelas 4 e 5.

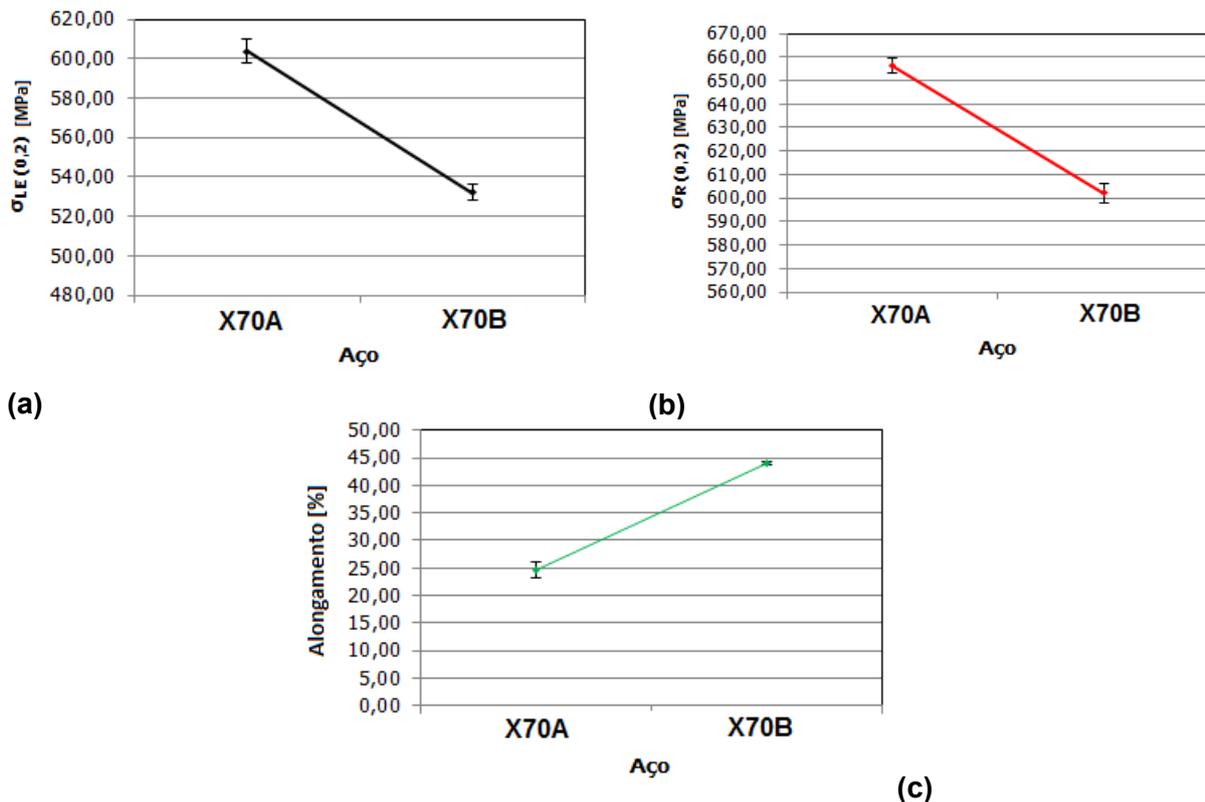
**Tabela 4:** Parâmetros essenciais de soldagem

Passe	Polaridade	Corrente [A]	Voltagem [V]	Velocidade de soldagem [mm/s]
Raiz	DC+	108-120	18-20	3.0 – 4.1
Reforço	DC+	120-130	24-26	3.0 – 4.1
Enchimento	DC+	200-210	23-25	3.6 – 4.2
Acabamento	DC+	200-210	23-25	3.6 – 4.2

**Tabela 5:** Parâmetros adicionais importantes

Passe	Vazão do gás de proteção [l/min]	Ângulo da tocha [°]	Stick-out [mm]	Especificação AWS do consumível
Raiz	18-20	10-15	2-3	A 5.18
Reforço	18-20	10-15	2-3	A 5.18
Enchimento	20-22	10-15	2-3	A 5.20
Acabamento	20-22	10-15	2-3	A 5.20

Na figura 1 apresentamos os resultados dos testes de tração obtidos para o metal de base.



**Figura 1:** Resultados dos testes de tração dos metais de base X70A e X70B. (a) limite de escoamento, (b) limite de resistência à tração e (c) alongamento percentual

É possível observar uma diferença considerável tanto no limite de escoamento quanto no limite de resistência. O aço X70A apresenta propriedades mecânicas superiores ao do X70B: limite de escoamento de 608MPa  $\pm$  10 MPa para o X70A contra 532 MPa  $\pm$  8 MPa para o X70B; limite de resistência de 656 MPa  $\pm$  4 MPa para o X70A contra 603 MPa  $\pm$  5MPa para o X70B. Somente no alongamento percentual o X70B é superior ao X70A (24.8%  $\pm$  3% para o X70A contra 37.4%  $\pm$  2% para o X70B). Estas diferenças possivelmente estão relacionadas ao efeito do Nb na forma de carbonetos finamente dispersos que garante o refino de grão, aumento dos contornos de baixo ângulo e atuam no sentido de aumentar a densidade de discordâncias para o aço X70A [1,3], o que justificaria aumento nos valores de limite de escoamento e resistência mecânica e redução considerável na elongação percentual.

Nas tabelas 6 e 7 apresentamos os resultados obtidos para os testes de tração realizados a partir de corpos-de-prova obtidos das juntas soldadas dos materiais X70A e X70B.

**Tabela 6:** Resultado dos testes de tração prismática da solda circunferencial

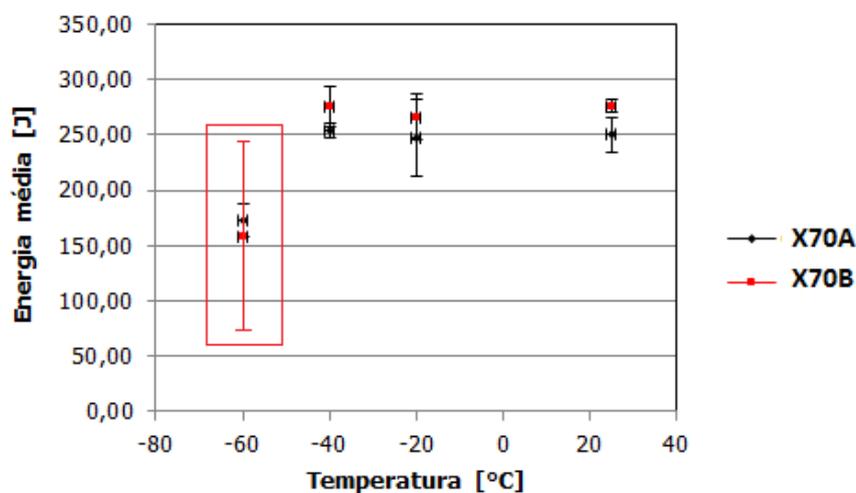
Material	Corpo-de-prova	$\sigma_R$ [MPa]
X70A	1	660
	2	647
	3	655

**Tabela 7:** Resultado dos testes de tração prismática da solda circunferencial

Material	Corpo-de-prova	$\sigma_R$ [MPa]
X70B	1	637
	2	633
	3	628

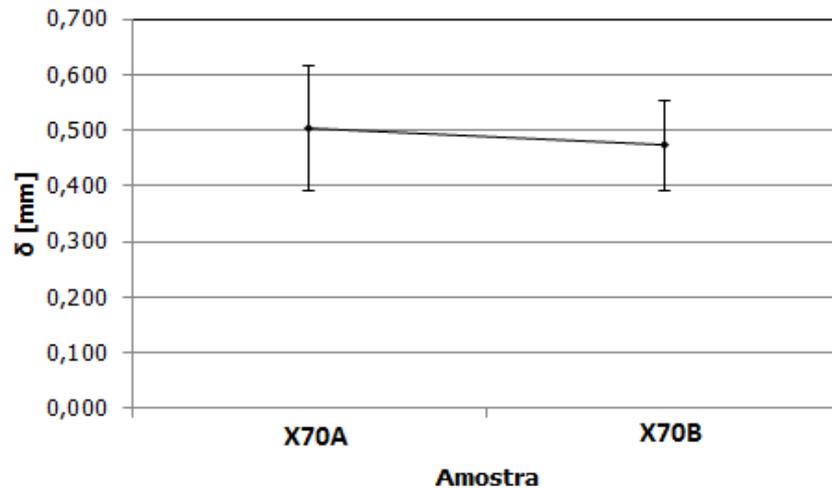
O valor mínimo especificado para o limite de resistência é de 565 MPa. Logo, tanto o X70A quanto o X70B não apresentaram perda de resistência mecânica na região da ZTA, pois, além do valor de limite de resistência obtido em todos os corpos-de-prova a falha ocorreu no metal de base não afetado termicamente.

Na figura 2 são apresentados os resultados dos testes de impacto para amostras retiradas das juntas soldadas, com entalhe posicionado na linha de fusão.

**Figura 2:** Resultados dos testes de impacto Charpy V

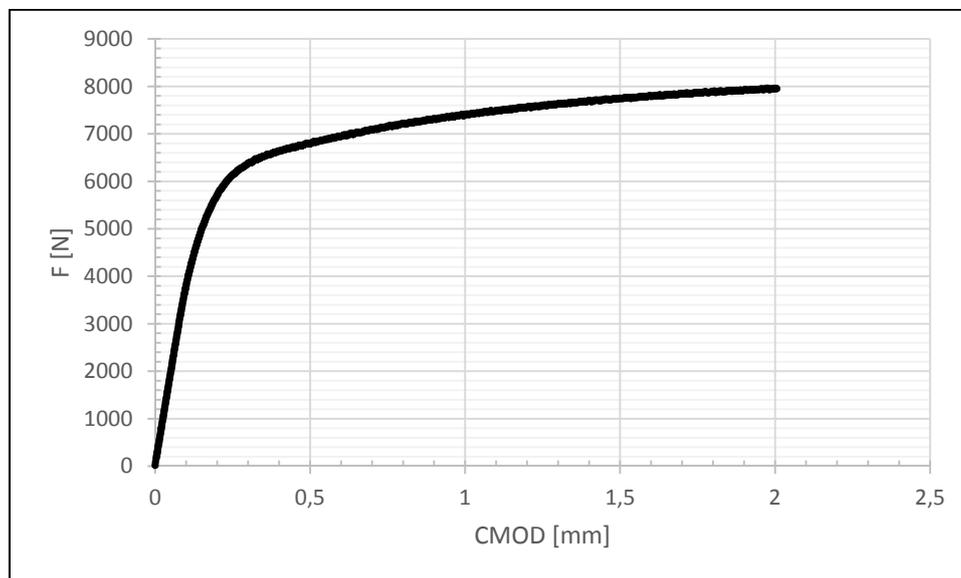
A partir da figura 2 é possível verificar que o comportamento em termos de tenacidade para os dois materiais é similar, com exceção para temperaturas a partir de  $-60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ , onde o X70A apresenta menor sensibilidade que o X70B (barra de erros em destaque em vermelho), mostrando maiores dispersões nos resultados encontrados de energia de impacto Charpy V, para um conjunto de 05 corpos-de-prova testados.

Na sequência apresentamos os testes de CTOD carga máxima à  $-20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  (figura 3), com entalhes posicionados na linha de fusão, com intuito de avaliar a região de grãos grosseiro, região mais susceptível a perda de tenacidade à fratura.



**Figura 3:** Resultados dos testes de tenacidade à fratura

Os resultados mostram que os valores de CTOD obtidos (0,508 mm ± 0,109 mm para o X70A e 0,481 mm ± 0,087 mm para o X70B) demonstram que os materiais apresentam boa tenacidade à fratura em baixas temperaturas, pois, nos testes realizados os valores de CTOD foram classificados como carga máxima ( $\delta_m$ ) e nenhuma instabilidade (*Pop-in*) foi observada durante os testes, conforme exemplificado pela figura 4. Contudo, tendo em vista que estes materiais são comumente utilizados para transporte de gás e que na pressão total desses gases há previsão de pressões parciais de H<sub>2</sub>S e CO<sub>2</sub> há necessidade de avaliação quanto a redução de tenacidade à fratura na presença do hidrogênio.



**Figura 4:** Exemplo dos gráficos força *versus* CMOD obtidos para os testes de CTOD dos materiais X70A e X70B

Logo, sejam em testes considerados com carregamento dinâmico (testes de impacto Charpy V) ou testes quase estáticos (testes de CTOD carga máxima) a região termicamente afetada não apresentou perda de tenacidade.

Nas tabelas 8 e 9 apresentamos os resultados (valores médios) das medidas de dureza Vickers com carga de 10 kgf (HV10) para diferentes regiões do metal de solda.

**Tabela 8:** Medidas de dureza para amostra X70A

Local	HV10		
	MB	ZTA	MC
Raiz	212,03 ± 8,80	216,87 ± 1,60	204,20 ± 5,46
Enchimento	199,00 ± 1,65	178,80 ± 2,56	216,37 ± 5,11
Acabamento	208,33 ± 11,21	210,57 ± 0,95	246,47 ± 3,50

**Tabela 9:** Medidas de dureza para amostra X70B

Local	HV10		
	MB	ZTA	MC
Raiz	176.78 ± 17.77	203.95 ± 3.47	201,15 ± 7,12
Enchimento	173.53 ± 17.91	202.95 ± 5.87	196.23 ± 28,11
Acabamento	186.65 ± 17.55	193.95 ± 44,34	188,70 ± 32,01

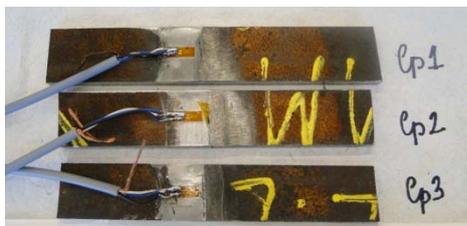
Para todos os valores de dureza HV10 encontrados nos dois materiais testados não foram obtidos valores acima de 250HV (limite estabelecido pela norma DNV OS F101 [9], para materiais que operam em baixas temperaturas e em condições ácidas (“Sourcondition”).

Na tabela 10 apresentamos as condições de teste utilizadas para os testes de SSC-FPBT.

**Tabela 10:** Condições experimentais utilizadas nos testes de SSC-FPBT

Solução	Carregamento [% $\sigma_{LE0,2}$ ]	Concentração H <sub>2</sub> S [ppm]	Tempo de teste [horas]
B NACE TM 0284 [10]	100	≥ 2340	720

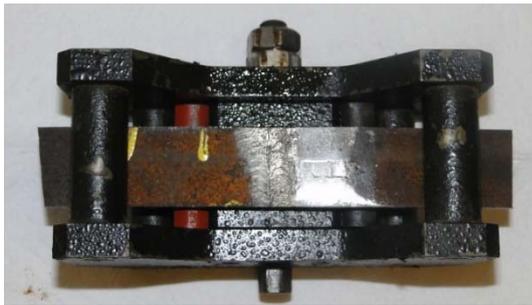
O sistema de monitoramento de deformação foi realizado através de sensores de deformação com resolução de 1 $\mu$ m/m. Um exemplo da montagem dos sensores, aplicação do carregamento, fixação no sistema de deformação constante e posicionamento dos corpos-de-prova dentro do reservatório de teste é apresentado na figura 5.



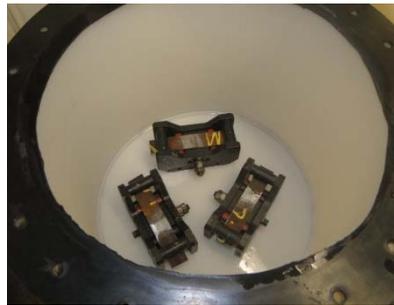
(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

**Figura 5:** Esquemático mostrando desde o monitoramento da deformação até início dos testes. (a) sensores de deformação (“StrainGauges”), (b) aplicação do carregamento, (c) fixação nos dispositivos de deformação constante, (d) posicionamento no reservatório e (e) montagem dos testes (sistema de reservatórios duplos para desaeração de todo o sistema antes do início do ensaio)

Durante todo o teste foi mantido borbulhamento constante de  $H_2S$ . Após os testes os corpos-de-prova foram analisados em estereoscopia com aumento de 20 vezes. Todos os corpos-de-prova foram aprovados, ou seja, em nenhum dos corpos-de-prova foram observadas trincas com aumento de 20 vezes (aumento duas vezes maior que o especificado pela norma NACE TM 0177 [11], como sendo critério de análise após teste).

#### 4 CONCLUSÃO

Os resultados experimentais mostram que mesmo para percentuais em peso de Nb de 0.095% (aproximadamente 2 vezes maior que o aceitável em outras ocasiões conforme discutido na introdução do trabalho) o material X70A possui desempenho em termos de propriedades mecânicas equivalentes ao X70B (sem nióbio). Estes resultados são ainda incipientes e carecem de uma análise mais crítica quanto a tensão circunferencial máxima. Se o valor da tensão circunferencial máxima entre os materiais analisados forem similares, haverá grande vantagem do X70A em relação ao X70B, pois possibilitaria redução considerável de espessura.

Com relação aos testes de tenacidade à fratura é necessária uma abordagem mais crítica quanto aos limites de aplicação e redução de plasticidade para ambientes contendo hidrogênio.

Outro aspecto importante é que o material não apresentou redução de tenacidade ao impacto na região da ZTA, região extremamente sensível a perda de propriedades mecânicas em função da precipitação de carbonitretos de nióbio. Sendo assim, fica claro que para aços com menores percentuais em peso de carbono e menores percentuais em peso de impurezas, o risco de perda de tenacidade na ZTA torna-se menos evidente para percentuais em peso de Nb até 0.095%.

Logo, o desenvolvimento de tubulações com menores espessuras de parede e melhores relações peso e propriedades mecânicas torna-se uma rota alternativa viável para aplicações em pressões elevadas na presença de H<sub>2</sub>S e CO<sub>2</sub>.

## Agradecimentos

Os autores agradecem aporte financeiro e suporte à CBMM.

## REFERÊNCIAS

- 1 A.Bakkaloğlu, Effect of processing parameters on the microstructure and properties of an Nb microalloyed steel, *Materials Letters* 56 (2002) 263– 272;
- 2 S. Yanncopoulos and M. C. Chaturved, Thermomechanical Treatment of a Titanium Bearing HSLA Steel, *Canadian Metallurgical Quarterly*, 27 (1988), 163-168, 1988;
- 3 R. M. Brito, H.-J. Kestenbach, On the dispersion hardening potential of interphase precipitation in micro-alloyed niobium steel, *Journal of Materials Science* 16 (1981) 1257-1263;
- 4 P. S. Hart, P. H. M. Morrison, The Effect of Microalloying on HAZ Toughness, *Proceedings of the International Conference 'Microalloying '95' held under the auspices of the Iron and Steel Society, Inc. Pittsburgh, PA, USA June 11-14, 1995*, pp 149-162;
- 5 BS 7448-1:1991, Fracture mechanics toughness tests. Method for determination of K<sub>Ic</sub>, critical CTOD and critical J values of metallic materials;
- 6 BS 7448-2:1997, Fracture mechanics toughness tests. Method for determination of K<sub>Ic</sub>, critical CTOD and critical J values of welds in metallic materials;
- 7 ISO 7539-2:1989, Corrosion of metals and alloys -Stress corrosion testing -Part 2: Preparation and use of bent-beam specimens;
- 8 API 5L:2007 Specification for Line Pipe, USA;
- 9 DNV OS F101:2012, Submarine Pipeline Systems;
- 10 NACE TM 0284:2003, Evaluation of Pipeline and Pressure Vessel Steels for Resistance to Hydrogen-Induced Cracking;
- 11 NACE TM 0177:1996, Laboratory Testing of Metals for Resistance to Sulfide Stress Cracking and Stress Corrosion Cracking in H<sub>2</sub>S Environments.