

Avaliação mecânica e microestrutural do aço 1Cr-0,5Mo para aplicação na indústria petroquímica

Camilla Pessanha Schiavo¹ José Calos Fortes Palau² Renata Jesuina Takahashi¹ Ana Flávia Bezerra¹ Fabiola Caroline Gonçalves Pereira¹ Danieli Aparecida Pereira Reis^{1*} 

Resumo

Os aços microligados contendo baixas concentrações de elementos como Cr e Mo são amplamente aplicados na fabricação de tubos sem costura e são normalmente utilizados em serviços de alta temperatura (450 a 550 °C) e com elevados esforços mecânicos (40 a 200 MPa). O objetivo principal desse trabalho foi caracterizar um aço da classe ASTM A335 P11, utilizado na fabricação de tubos sem costura destinados à condução de fluidos e vapores em usinas de energia, refinarias, plantas petroquímicas e serviços de campos de petróleo. Para tanto, foram utilizadas técnicas para caracterização do material em termos microestruturais (microscopia óptica, difratometria de raios X e microscopia eletrônica de varredura) e em termos de propriedades mecânicas (dureza e resistência à tração). A análise por DRX mostrou que o material é constituído de ferrita (Fe- α) conforme seu estado de fornecimento: normalizado e revenido. Em termos de dureza, o material apresentou uma variação de -3% nos valores encontrados quando comparados à literatura. Já as propriedades mecânicas sob tração mostrou que o material apresenta valores superiores aos mínimos estabelecidos por norma e superfície de fratura tipo dúctil, após ensaio. Os resultados demonstraram que o aço possui composição química em concordância com a norma ASTM A335/A335M-23.

Palavras-chave: ASTM A335 P11; Aço Cr-Mo; Comportamento mecânico; Tubo sem costura.

1Cr-0.5Mo steel mechanical and microstructural evaluation for petrochemical industry application

Abstract

Microalloyed steels with low contents of Cr and Mo are useful for seamless pipes production and are normally used in applications which involve high temperature (450 to 550 °C) and mechanical solicitations (40 to 200MPa). The objective of this study was to characterize 1Cr-0,5Mo steel, classified as ASTM A335 P11, usually applied at seamless pipes manufacturing and usually used for the fluids and steam conduction in power plants, refineries, petrochemical plants, and oil field services. For this work it were applied microstructural techniques as optical microscopy, X-ray diffraction, scanning electron microscope and mechanical tests as hardness and tensile tests. XRD analysis showed the presence of ferrite (Fe- α) in accordance to heat treatment done at the received material: normalized and tempering. Hardness results showed a variation of -3% when compared to others studies. Tensile test presented higher values than the minimal established by the standard and a ductile fracture surface, after testing. The results showed the material presents chemical composition as established by ASTM A335/A335M-23 standard.

Keywords: ASTM A335 P11; Cr-Mo steel; Mechanical behaviour; Seamless pipes.

¹Laboratório de Comportamento Mecânico de Metais, Instituto de Ciência e Tecnologia, Universidade Federal de São Paulo – UNIFESP, São José dos Campos, SP, Brasil.

²Departamento de Ciência e Tecnologia da Aeronáutica – DCTA, Instituto de Aeronáutica e Espaço – IAE, São José dos Campos, SP, Brasil.

*Autor correspondente: danieli.reis@unifesp.br



1 Introdução

Os aços microligados com Cr e Mo são amplamente aplicados nas usinas de energia, indústrias químicas, petrolíferas, bem como na fabricação de reatores e tubulações destinadas à condução de fluidos (petróleo) e gases (vapor de água, gás de amônia). Nessas aplicações o material é normalmente submetido a altas temperaturas e a níveis de tensões que podem variar, de 450 °C a 550 °C e 40 MPa a 200 MPa, respectivamente. A combinação de Cr e Mo, aliados à boa relação de custo benefício, tornam esse tipo de material especialmente atrativo uma vez que o uso destes elementos garante uma boa resistência à fluência pelo endurecimento por precipitação ou por solução sólida [1,2].

Os aços da classe A335 são materiais que contêm em sua composição baixos teores de Cr e Mo e podem ser classificados em diferentes categorias, como por exemplo grau P5, P9, P11, P22, P91, entre outros. As classes P5 e P9 são aplicáveis a processos de refinaria e as classes P11, P22, P91 e P92, por exemplo, são aplicáveis às indústrias de energia [3]. Nesse trabalho foi estudado o aço ASTM A335 P11, liga ferrítica com níveis de Cr que variam de 1,00% a 1,50% e de Mo entre 0,44% a 0,65%. Ele apresenta baixo coeficiente de expansão térmica, alta condutividade térmica e um excelente custo quando comparado aos demais materiais de mesma categoria [3-5].

Em termos de sua microestrutura, os aços ASTM A335 P11 são constituídos de ferrita e perlita, sendo normalmente fornecidos no estado normalizado ou normalizado e revenido. Na Figura 1 é apresentado o diagrama temperatura-tempo-transformação para esse material. É possível notar por esse figura que, dependendo da velocidade de resfriamento na qual o aço foi submetido, ele poderá apresentar bainita em sua microestrutura [6].

O objetivo principal desse trabalho foi caracterizar um aço da classe ASTM A335 P11, utilizado na fabricação de tubos sem costura destinados à condução de fluidos e vapores.

2 Materiais e métodos

O material utilizado para esse estudo foi retirado de um tubo, produzido com o aço ASTM A335 P11, apresentando 330 mm de comprimento, 325 mm de diâmetro e 10 mm de espessura de parede, conforme mostrado na Figura 2.

2.1 Caracterização microestrutural

Uma amostra com dimensões de 15 mm x 5 mm (diâmetro x espessura) foi preparada conforme a norma ASTM A751-21 [7], e avaliada em um espectômetro de emissão óptica por centelha (S-OES). Foi realizada a caracterização microestrutural e de fases do material utilizando-se as seguintes técnicas de análise: polimento eletrolítico, microscopia

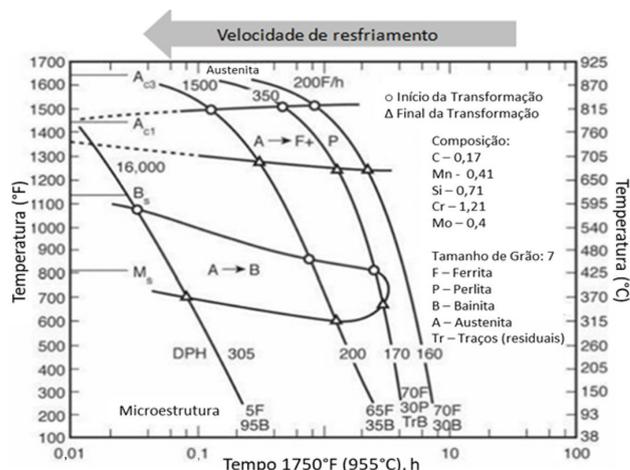


Figura 1. Diagrama Temperatura-Tempo-Transformação para o aço ASTM A335 P11 – Adaptação [6].

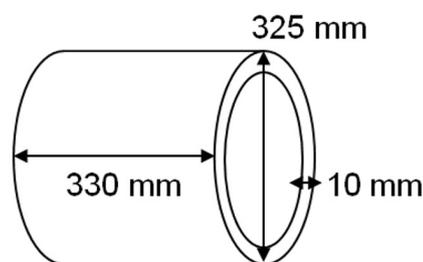


Figura 2. Representação esquemática da amostra de tubo utilizada no estudo e suas dimensões.

óptica (MO), difratometria de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

A etapa de eletropolimento foi realizada utilizando-se o equipamento Buehler EletroMet[®]4 System, temperatura ambiente, solução eletrolítica composta de ácido perclórico (HClO_4 – 75%) e etanol (99,5%) na proporção de 1:4 (800 mL de etanol para 200 mL de ácido) e tensão de 20 V. A principal característica desse método é a eliminação da rugosidade superficial sem aplicação de qualquer ataque químico ou a introdução de tensões residuais adicionais resultando em uma superfície lisa e brilhante [8].

Para identificar as fases cristalinas presentes no material foi realizada análise de difratometria de raios X em uma seção transversal do material retirada do corpo de prova de tração e submetido a eletropolimento por 180s. As fases foram identificadas utilizando-se o software X'Pert HighScore Plus e a identificação dos picos de difração do material foi feita utilizando-se as fichas cristalográficas da base de dados Crystallography Open Database (COD). Para coleta dos padrões de difração foram adotadas as seguintes condições: radiação $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), corrente de 30 mA e tensão de 40 kV, intervalo angular (2θ) de 20 a 90°, passo angular de 0,02°, velocidade de coleta de 5° min^{-1} e abertura/fenda de 10 mm.

A fim de se realizar uma análise mais apurada da microestrutura e da superfície de fratura do material após os ensaios de tração foram realizadas análises de microscopia eletrônica de varredura.

2.2 Caracterização mecânica

O material foi avaliado em termos de dureza por meio de ensaio de microdureza Vickers, com carga de 0,05N e tempo de 15 s. O teste consiste, basicamente, na indentação do material por um indentador de diamante sob carga e tempo pré-estabelecidos. Após a retirada da carga, as duas diagonais impressas na superfície da amostra são medidas com o auxílio de um microscópio.

Em termos de propriedades mecânicas, foi realizado ensaio de tração na amostra recebida (utilizando corpo de prova cilíndrico tipo small-size com diâmetro de 6,0 mm), à temperatura ambiente e em concordância com a norma ASTM E8/E8M [9]. O alongamento dos corpos de prova foi realizado a velocidade constante (3,0 mm/min) e a deformação foi medida por meio de um extensômetro do tipo *clip-gage*, modelo MTS 634.31F-25.

3 Resultados e discussão

3.1 Análise química

A composição química do material em estudo, expressa em porcentagem peso, é apresentada na Tabela 1. Para fins de comparação e validação do material também estão apresentados os valores estabelecidos pela norma ASTM A335/A335M-23 [5] que regulamentam as faixas a serem respeitadas de composição química para o aço ASTM A335 P11 [5].

3.2 Caracterização microestrutural

3.2.1 Microscopia óptica (MO)

Após a preparação do corpo de prova, as amostras destinadas à análise por microscopia óptica, foram atacadas com reagente Nital 2% de forma a revelar a microestrutura presente no material em seu estado de fornecimento. A microestrutura foi constituída por ferrita e perlita, Figura 3, conforme apontado na literatura [10, 11].

3.2.2 Difratometria de raios X

O difratograma relativo ao aço ASTM A335 P11, apresentado na Figura 4a, foi obtido a partir do ajuste das curvas, removendo-se os picos $K\alpha_2$ e ajustando-se os picos $K\alpha_1$. Em seguida foi realizada a identificação dos picos de difração correspondentes aos planos da fase ferrita (α) cujos principais planos cristalográficos, distâncias interplanares e ângulos de difração estão listados na Tabela 2.

O resultado apresentado na Figura 4a está em conformidade com a literatura, quando comparamos o difratograma obtido com aquele mostrado na Figura 4b. Sadiq et al. [11] ao avaliarem uma amostra retirada de uma tubulação de vapor fabricada com o aço ASTM A335 P11, observaram a presença de ferrita e perlita na microestrutura do material. Ao realizarem a análise de DRX na amostra da tubulação, os picos de ferrita ($Fe-\alpha$) foram identificados nas posições planares de (110), (200) e (211) e nas posições angulares de 45°, 65° e 83°, aproximadamente, conforme é mostrado na Figura 4b [10]. Além disso, o difratograma da Figura 4a, mostrando apenas a presença de ferrita ($Fe-\alpha$), atesta a análise microestrutural realizada a partir das imagens obtidas por microscopia óptica e apresentada na Figura 3.

3.3 Caracterização mecânica

3.3.1 Dureza

Os resultados obtidos no ensaio de microdureza Vickers estão apresentados na Tabela 3. As medidas foram realizadas em duas regiões distintas da amostra, regiões I e II, conforme mostrado na Figura 5. Na região I, constituída por ferrita (região mais clara) e perlita (região escura), Figura 5a, obteve-se uma dureza média de 230,80 HV. Já na região II, constituída essencialmente por ferrita, Figura 5b, resultou em um valor médio para dureza de 184,67 HV. Para a amostra em geral, o valor de microdureza médio encontrado, considerando-se as 8 leituras realizadas, foi de 213,50 HV.

A norma ASTM A335/A335M-23 [5] não define um valor mínimo ou de referência para a dureza do aço ASTM A335 P11. Quando se compara o valor obtido com a

Tabela 1. Composição química do material avaliado em porcentagem peso

		C	Cr	Mo	Mn	P	S	Si
Encontrado		0,15	1,24	0,50	0,60	0,011	0,018	0,76
ASTM A335 P11 [5]	min	0,05	1,00	0,44	0,30	-	-	0,50
	máx	0,15	1,50	0,65	0,60	0,025	0,025	1,00

Tabela 2. Planos cristalográficos para a fase ferrita conforme ficha COD n° 96-901-3473 [12] e radiação $Cu K\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$)

Fase	Índices de Miller (hkl)	Distância interplanar, d (Å)	Ângulo de difração, 2θ (°)
Ferrita	(011)	2,029	44,631
	(002)	1,435	64,957
	(112)	1,171	82,244

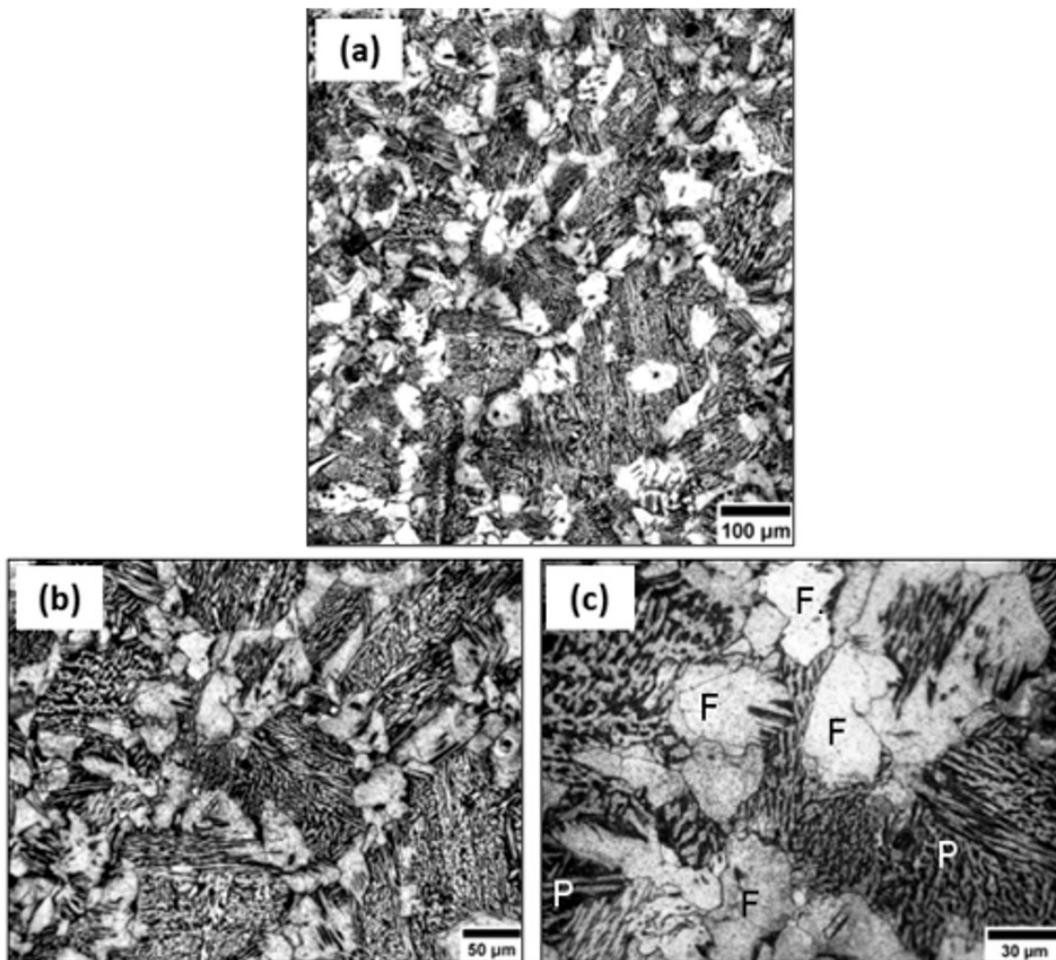


Figura 3. Micrografias ópticas do aço ASTM A335 P11 como recebido após polimento eletrolítico com tensão de 20 V, tempo de exposição de 180 s e ataque químico com Nital 2%. A microestrutura é constituída por ferrita (F) e perlita (P). Em (a) aumento de 100x; (b) aumento de 200x e em (c) aumento de 500x.

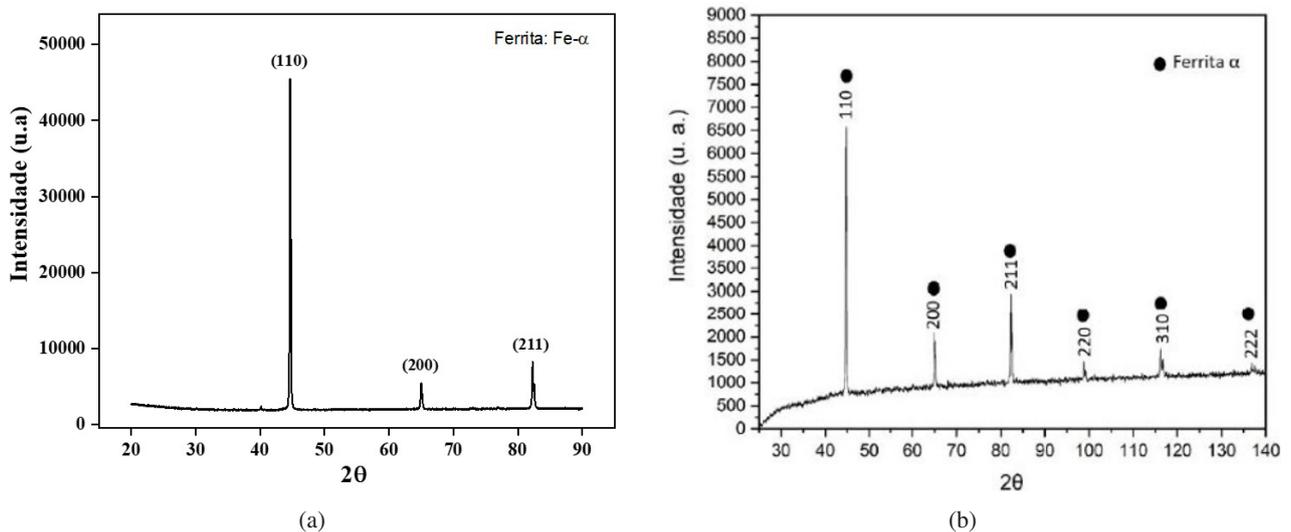


Figura 4. Em (a) difratograma da amostra de tubo ASTM A335 P11 obtido após polimento eletrolítico com tensão de 20 V e tempo de exposição de 180 s; (b) Difratograma obtido para um aço ASTM A335 P22 no estado normalizado e revenido conforme literatura estudada. **Fonte:** (b) Adaptado de [10].

Tabela 3. Valores individuais e médios de microdureza Vickers para a amostra do aço ASTM A335 P11

Dureza (HV)	HV ₁	HV ₂	HV ₃	HV ₄	HV ₅	HV _{média}
Região (I) (ferrita + perlita)	233	223	233	227	238	(230,80 ± 5,85)
Região (II) (ferrita)	186	197	171	-	-	(184,67 ± 13,05)
Amostra em geral						(213,50 ± 25,26)
Bahami et al. [13]	-	-	-	-	-	220
Darvishi et al. [14]						245

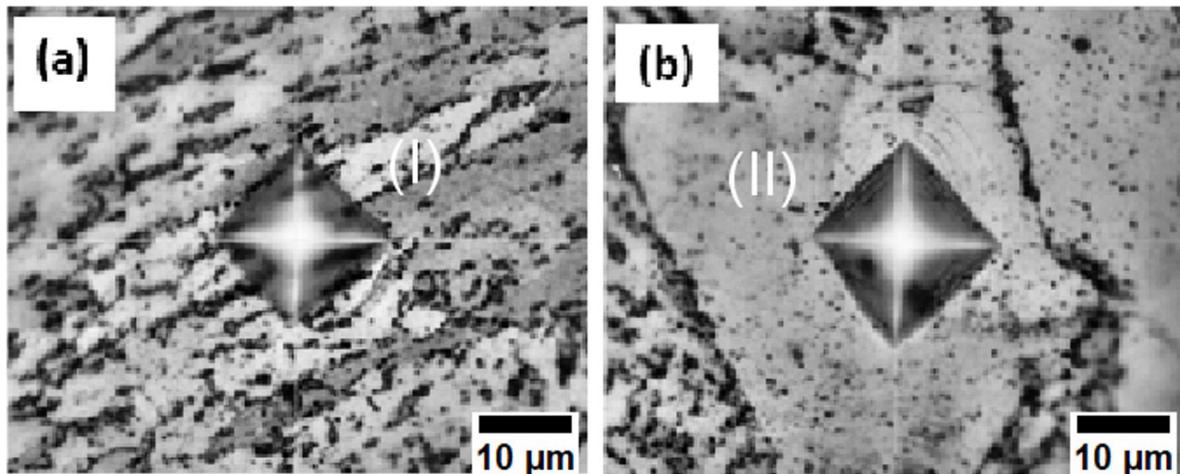


Figura 5. Micrografias ópticas das indentações realizadas no ensaio de microdureza Vickers. Em (a) região identificada como “(I)” – ferrita + perlita; e (b) região identificada como “(II)” - ferrita.

literatura pesquisada, o valor médio de (213,50 ± 25,26) HV mostra-se coerente com aqueles registrados nos trabalhos de Bahrami et al. [13] e Darvishi et al. [14] que foram, respectivamente, 200 HV e 245 HV.

3.3.2 Ensaio de tração

A curva tensão versus deformação obtida para o material em estudo é apresentada na Figura 6. Os valores registrados para os limites de escoamento (σ_e), resistência (σ_r) e ruptura (σ_{rup}) foram 538 MPa, 589 MPa e 530 MPa, respectivamente.

Os resultados experimentais quando comparados aos valores exigidos em norma, apontam que o material atende aos requisitos mínimos expressos na norma ASTM A335/A335M-23 [5]. Comparando-se os valores encontrados àqueles determinados por Sadiq et al. [11] e Guimarães [15] infere-se que os resultados estão em conformidade com a literatura, conforme é mostrado na Tabela 4.

Pelas análises da superfície de fratura do corpo de prova submetido ao ensaio de tração, Figura 7, verifica-se a presença de *dimples*, característicos de fratura dúctil. Este comportamento demonstra a predominância de mecanismos de deformação plástica, o que é esperado devido à estrição apresentada pelo corpo de prova durante o ensaio de tração.

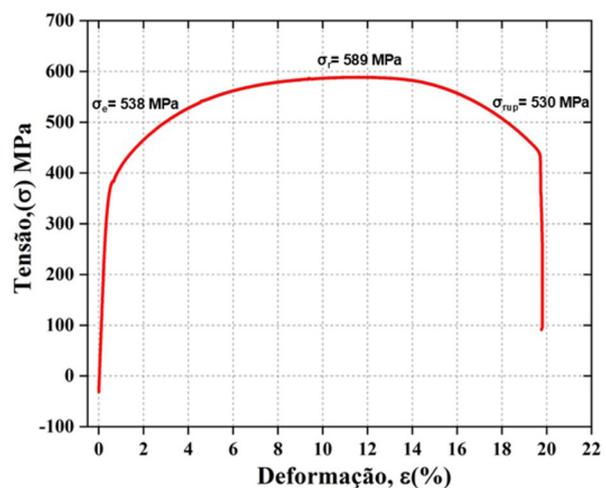


Figura 6. Curva tensão versus deformação obtida para o aço ASTM A335 P11 avaliado no presente estudo.

4 Conclusão

Neste trabalho foi possível realizar a caracterização mecânica e microestrutural do aço da classe ASTM A335 P11 para aplicação na fabricação de tubos sem costura destinados à condução de fluidos e vapores. Os resultados

Tabela 4. Valores obtidos para os limites de escoamento, tensão, ruptura e alongamento do material avaliado, comparativamente às especificações da norma ASTM A335 P11 e de dados da literatura

		σ_e (MPa)	σ_r (MPa)	σ_{rup} (MPa)	Alongamento (%)
Encontrado		538	589	530	35
ASTM A335 P11	mín	205	415	NE	20
Sadiq et al. [11]		301	490	300	-
Guimarães [15]		370	570	NE	31

σ_e : Limite de Escoamento; σ_r : Limite de Resistência; σ_{rup} : Limite de ruptura; NE: Não Especificado.

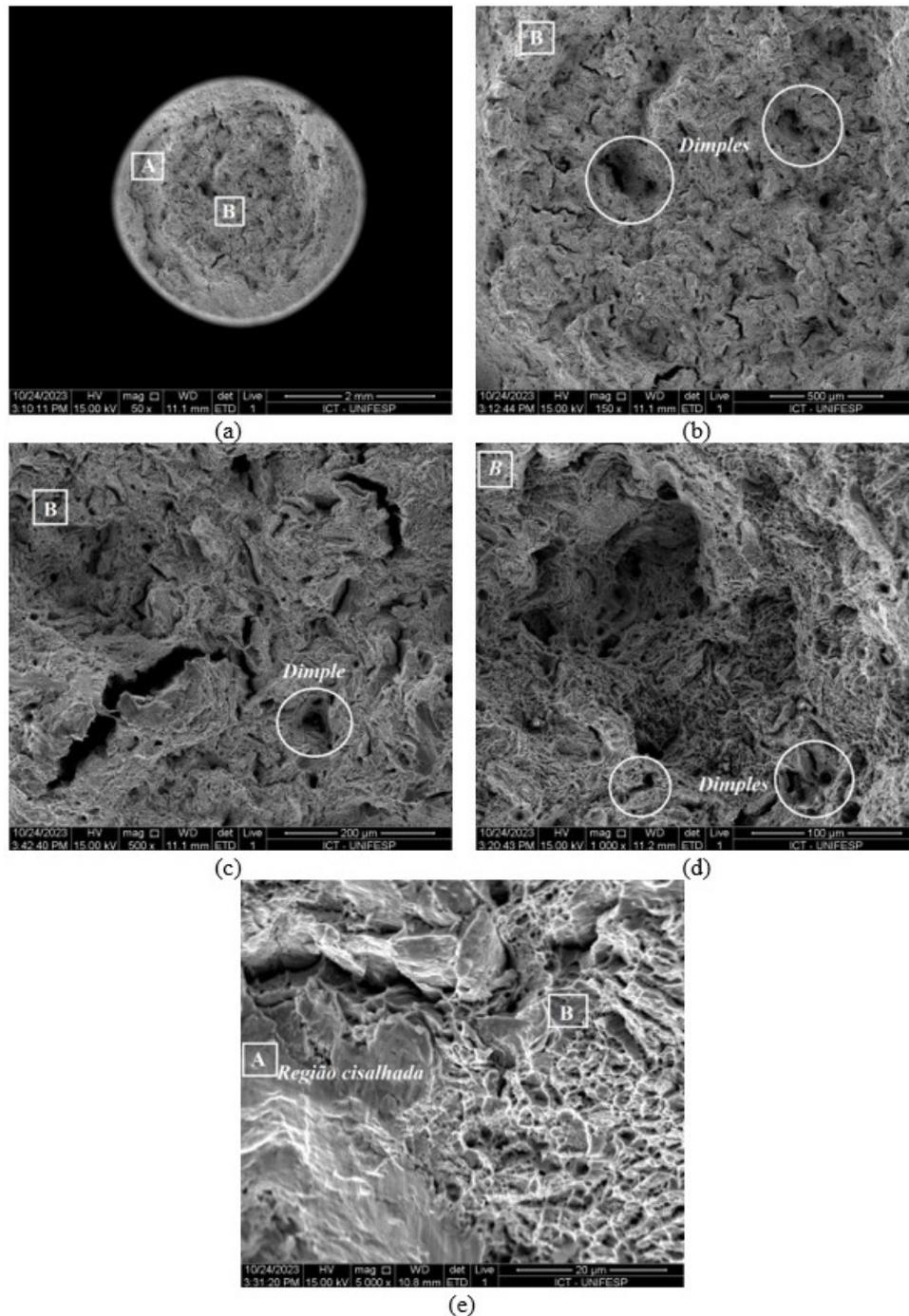


Figura 7. Análise da fratura do corpo de prova após ensaio de tração a temperatura ambiente para o aço ASTM A335 P11, realizada no MEV, mostrando duas regiões distintas de fratura: “A”, região de cisalhamento e “B” região de fratura dúctil. Em (a) aumento de 50x; (b) 150x; (c) 500x; (d) 1000x e (e) 5000x.

obtidos em termos de análise química mostraram que o material analisado apresenta composição dentro dos limites estabelecidos pela norma ASTM A335/A335M-23.

Em termos das fases presentes, a análise por DRX mostrou que o material é constituído de ferrita (Fe- α), conforme esperado esse tipo de aço. Em termos de dureza, apesar de a norma não estabelecer um valor mínimo, o material apresentou uma variação de -3% em relação à literatura. Em termos de

tração, o material apresentou valores superiores aos mínimos estabelecidos por norma e fratura dúctil, caracterizada pela presença de *dimples* e predomínio dos mecanismos de deformação plástica presentes durante a estrição do material.

Agradecimentos

Fapesp, Capes, CNPq e FINEP pelo apoio financeiro.

Referências

- 1 Souza LB, Santos MRN, Garcia RP. Avaliação da microestrutura de peça de aço baixo carbono fabricada pelo processo de manufatura aditiva por deposição a arco. In: Anais do I Congresso de Engenharia da Rede de Cooperação em Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação em Materiais e Equipamentos para Setor Industrial Brasileiro; 2020; Natal. Natal: Rede PDIMat; 2020. p. 358-368.
- 2 Xu Q, Xu Q, Lu Z, Barrans S. A review of creep deformation and rupture mechanisms of Cr-Mo alloy for the development of creep damage constitutive equations under lower stress. *Journal of Communication and Computer*. 2013;10:45-59.
- 3 Raj A, Goswami B, Ray AK. Creep and fatigue behavior in micro-alloyed steels: a review. *High-Temperature Materials and Processes*. 2014;33(1):1-12. <http://doi.org/10.1515/htmp-2012-0177>.
- 4 Pereira OF, Bosquetti P, Bovério MA. A influência da temperatura de pré-aquecimento em junta soldada pelo processo TIG em aço ASTM A335 P11. In: Anais do IV Simpósio de Tecnologia (SITEFA); 2021; Sertãozinho. Sertãozinho: FATEC; 2021. p. 66-78.
- 5 American Society for Testing and Materials. ASTM A335/A335M-23: standard specification for seamless ferritic alloy-steel pipe for high-temperature. West Conshohocken: ASTM International; 2003.
- 6 Gandy, D. The grades 11 and 12 low alloy steel handbook: 1/4Cr1/2Mo, 1Cr1/2Mo, 13CrMo44, 620/621, STPA 22/23. p. 124, 2007.
- 7 American Society for Testing and Materials. ASTM A751: standard test methods and practices for chemical analysis of steel products. West Conshohocken: ASTM International; 2021.
- 8 Alrbaey K, Wimpenny DI, Al-Barzinjy AA, Moroz A. Electropolishing of re-melted SLM stainless Steel 316L parts using deep eutectic solvents: 3 × 3 full factorial design. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2016;25(7):2836-2846. <http://doi.org/10.1007/s11665-016-2140-2>.
- 9 American Society for Testing and Materials. ASTM E8/E8M: standard test methods for tension testing of metallic materials. West Conshohocken: ASTM International; 2021.
- 10 Santos, M. R. N. Dos. Caracterização de pré-formas de aços 2,25Cr1Mo fabricadas via manufatura aditiva por deposição a arco com e sem resfriamento ativo por quase-imersão. 2022. 93 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2022.
- 11 Sadiq TO, Mohd Daud L, Idris J. Investigation of microstructure and mechanical properties of A335 P11 main steam pipe in Stesen Janaelektrik Jambatan Connaught Power Plant, Malaysia. *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2018;71(10):2527-2540. <http://doi.org/10.1007/s12666-018-1383-z>.
- 12 Crystallography Open Database [página da internet]. 2024 [acesso em 7 jun. 2024]. Disponível em: <http://www.crystallography.net/cod/>
- 13 Bahrami A, Mohammadnejad A, Kiani Khouzani M, Pouradineh M, Esmaeili V. Stress relaxation cracking failure in a high-pressure steam pipeline in an ammonia plant. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. 2021;194:104542.
- 14 Darvishi P, Zareie-kordshouli F, Lashanizadehgan A. Failure analysis of syngas bypass line rupture in an industrial ammonia plant. *Engineering Failure Analysis*. 2018;84:59-69. <http://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2017.11.004>.
- 15 Guimarães AF. Caracterizações microestrutural e mecânica do aço 1,25Cr-0,5Mo submetido por longo período a alta pressão e elevada temperatura [dissertação]. Lorena: Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo; 2011.

Recebido em: 21 Jun. 2024

Aceito em: 23 Jan. 2025

Editora responsável:

Paula Fernanda da Silva Farina 