

Técnicas para avaliação da corrosão

Denise Souza de Freitas
Laboratório de Corrosão e Proteção/LACOR
Instituto Nacional de Tecnologia
denise.freitas@int.gov.br

Os ensaios de corrosão na indústria

A indústria está constantemente procurando respostas rápidas e seguras para a avaliação dos produtos e serviços oferecidos pelo mercado para o combate à corrosão.

Os ensaios de corrosão constituem a maneira mais segura de conseguir conseguir tais respostas.

Ensaios de corrosão na academia

- **Ensaios eletroquímicos:** potencial de corrosão, ruído eletroquímico, impedância eletroquímica, sonda Kelvin.
- **Ensaios complementares:** MEV/FEG, AFM, Microscopia de elétrons Auger
- **Ensaios de corrosão:** ensaios de imersão, avaliação da suscetibilidade a corrosão intergranular, por pite, à corrosão em frestas, ensaios acelerados (névoa salina, dióxido de enxofre, umidade)

Objetivo: estudar os mecanismos de corrosão

Ensaios de corrosão na indústria: normalizados ou já bem estabelecidos

- **Ensaios de caracterização:** análises químicas, exames metalográficos e ensaios mecânicos
- **Ensaios de corrosão gerais:** iguais da academia
- **Ensaios de corrosão específicos:** ensaios de imersão em meios que simulam as condições reais de uso
- **Ensaios de corrosão em campo:** ensaios não acelerados de corrosão
- **Ensaios complementares:** MEV/FEG
- **Ensaios eletroquímicos:** iguais da academia

Objetivo: controle de qualidade de produto,
caracterização do meio de exposição e verificação de
desempenho

Requisitos para avaliar corrosão

- Resultados reproduutíveis
- Obter resultados consistentes com os obtidos em serviço
- Obter os resultados necessários para minimizar custos

Requisito fundamental para qualquer pesquisa

Difícil realização já que as variáveis nem sempre são conhecidas, mudam com o tempo e são difíceis de reproduzir em lab

Normalmente incompatíveis com os dois requisitos acima

Onde testar a corrosão?

Em
laboratorio

- Simulando condições de operação
- Testes acelerados

Em
operação

- Avaliações em plantas industriais
- Testes de campo

Testes Laboratoriais em condições de operação

OBJETIVO

- ❖ Simular condições para obtenção de uma medida acurada do comportamento da corrosão esperado em serviço:

VANTAGENS

- ❖ Composição do meio pode ser controlada
- ❖ O meio pode ser modificado para avaliação de contaminantes ou mudanças no processo
- ❖ Estudar novos processos e o comportamento dos materiais

Testes Laboratoriais em condições de operação

DESVANTAGEM

As condições de processo em laboratório nem sempre correspondem a realidade

Testes laboratoriais acelerados

OBJETIVO

✧ Avaliar rapidamente o comportamento de materiais e componentes para uma condição particular de serviço

- Diminuir a duração dos testes - as condições de ensaio são feitas mais agressivas que as condições de serviço

DESVANTAGEM

Difícil de relacionar com o comportamento real de operação, principalmente em acelerações acentuadas

Como acelerar a taxa de corrosão?

- **Aumento da temperatura**

- Modo mais seguro de aumentar a corrosão e se aproximar das condições de operação
- Limita-se a um aumento de 30°C
- Como regra geral: a cada 10°C a taxa de corrosão **dobra ou 10 vezes para 30°C**

Aumentando a temperatura do ensaio



Banho termostático com circulação
forçada



Estufa para temp de 30 a 40°C

Altas temperaturas



Aumento da concentração do agente corrosivo

- Nem sempre fácil porque a relação entre a taxa de corrosão e a concentração nem sempre é simples e linear
- Agentes corrosivos mais úteis:
 - Cloretos, ácidos, oxigênio e umidade

Aumento da concentração do agente corrosivo

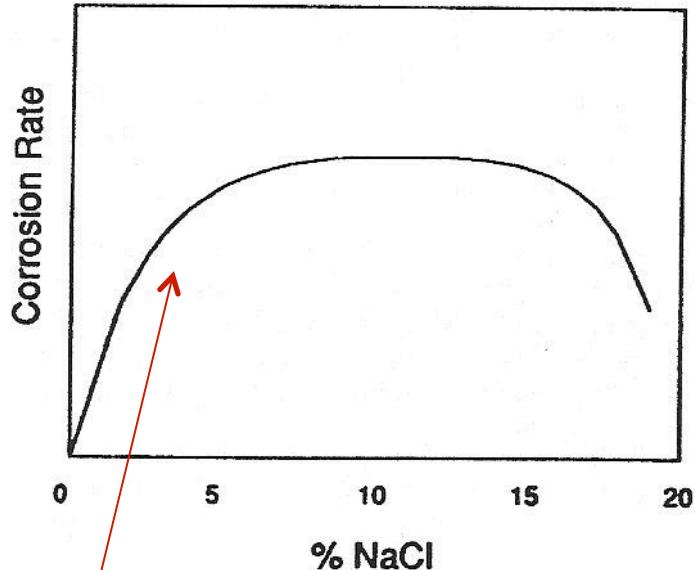


Figure 1 The Corrosion Rate of Steel in Solutions of Varying Chloride Concentration

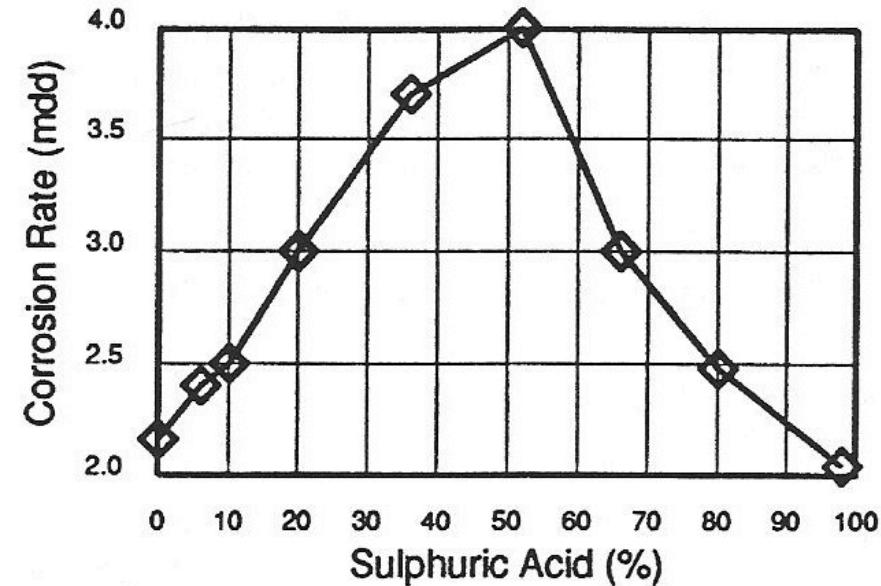


Figure 2 The Corrosion Rate of Austenitic Stainless Steel in Sulphuric Acid at 20°C

A partir de 50% H₂SO₄ a taxa decresce.

A partir de 5% NaCl a taxa de corrosão não aumenta

O aumento da concentração de O₂ pode formar um filme passivo

Testes em operação: Avaliação em plantas industriais

VANTAGENS

- Os corpos-de-prova (cp's) são expostos ao ambiente real
 - Paradas programadas e outras condições são difíceis de reproduzir em laboratório
 - Resultados representativos fornecem taxa de corrosão acurada em serviço
 - As condições de serviço não são sempre bem caracterizadas
 - Não é possível alterar as condições de processo

DESVANTAGENS

Testes de campo para avaliação da corrosão externa

- Corrosão atmosférica
- Corrosão em águas
- Corrosão em solos

Vantagem

Avaliação em ambiente real, resultados mais realísticos.

Desvantagens

Pouca reproduzibilidade e dificuldade de caracterização dos meios e ambientes estudados.
Ensaios de longa duração.



Testes em águas: Mar ou rios

- Pontos a considerar:

- Profundidade - zona de maré, mudanças no transporte de massa a diferentes profundidades
- Presença de micro e macroorganismos. A montagem de experimentos pode ser muito afetada devido às:
 - diferentes colônias passíveis de formação ao longo do ano
 - a orientação dos cp's,
 - as condições de fluxo,
 - e os suportes utilizados.



Normas de Corrosão

| | |
|-----------------------|---|
| ASTM | American Society for Testing and Materials |
| NACE international | National Association of Corrosion Engineers |
| ABNT | CB 43 : Comitê Brasileiro de Corrosão |
| ISO | International Organisation for Standardisation |
| | Etc... |

Taxa de corrosão

• Norma ASTM G31



Designation: G 31 – 72 (Reapproved 2004)

Standard Practice for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals¹

This standard is issued under the fixed designation G 31; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This practice² describes accepted procedures for and factors that influence laboratory immersion corrosion tests, particularly mass loss tests. These factors include specimen preparation, apparatus, test conditions, methods of cleaning specimens, evaluation of results, and calculation and reporting of corrosion rates. This practice also emphasizes the importance of recording all pertinent data and provides a checklist for reporting test data. Other ASTM procedures for laboratory corrosion tests are tabulated in the Appendix. (Warning—In many cases the corrosion product on the reactive metals titanium and zirconium is a hard and tightly bonded oxide that defies removal by chemical or ordinary mechanical means. In many such cases, corrosion rates are established by mass gain rather than mass loss.)

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:³

- A 262 Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels
- E 8 Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials
- G 1 Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens
- G 4 Guide for Conducting Corrosion Coupon Tests in Field Applications

¹ This practice is under the jurisdiction of ASTM Committee J01 on Corrosion and is the direct responsibility of Subcommittee J01.01 on Working Group on Laboratory Immersion Tests.

Current edition approved May 1, 2004. Published May 2004. Originally approved in 1972. Last previous edition approved in 1998 as G 31 – 72 (1998).

² This practice is based upon NACE Standard TM-01-69, "Test Method—Laboratory Corrosion Testing of Metals for the Process Industries," with modifications to relate more directly to Practices G 1 and G 31 and Guide G 4.

³ For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

G 16 Guide for Applying Statistics to Analysis of Corrosion Data

G 46 Guide for Examination and Evaluation of Pitting Corrosion

3. Significance and Use

3.1 Corrosion testing by its very nature precludes complete standardization. This practice, rather than a standardized procedure, is presented as a guide so that some of the pitfalls of such testing may be avoided.

3.2 Experience has shown that all metals and alloys do not respond alike to the many factors that affect corrosion and that "accelerated" corrosion tests give indicative results only, or may even be entirely misleading. It is impractical to propose an inflexible standard laboratory corrosion testing procedure for general use, except for material qualification tests where standardization is obviously required.

3.3 In designing any corrosion test, consideration must be given to the various factors discussed in this practice, because these factors have been found to affect greatly the results obtained.

4. Interferences

4.1 The methods and procedures described herein represent the best current practices for conducting laboratory corrosion tests as developed by corrosion specialists in the process industries. For proper interpretation of the results obtained, the specific influence of certain variables must be considered. These include:

4.1.1 Metal specimens immersed in a specific hot liquid may not corrode at the same rate or in the same manner as in equipment where the metal acts as a heat transfer medium in heating or cooling the liquid. If the influence of heat transfer effects is specifically of interest, specialized procedures (in which the corrosion specimen serves as a heat transfer agent) must be employed (1).⁴

4.1.2 In laboratory tests, the velocity of the environment relative to the specimens will normally be determined by convection currents or the effects induced by aeration or boiling or both. If the specific effects of high velocity are to be studied, special techniques must be employed to transfer the test

⁴ The boldface numbers in parentheses refer to the list of references at the end of this practice.

Medição da corrosão

Método de perda de massa (gravimétrico):

- A velocidade de desenvolvimento do processo corrosivo, **Taxa de corrosão**, é usualmente expressa pela variação de massa por unidade de tempo (mm/ano ou mpy).
- Avaliação da corrosão por meio de cupons de perda de massa instalados em provadores de corrosão.

Avaliação quantitativa da corrosão

Critério para avaliação da corrosividade em dutos, segundo a NACE

| Potencial de Corrosividade | Taxa Uniforme (mm/ano) |
|-----------------------------------|-------------------------------|
| Severo | > 0,125 |
| Moderado | 0,025 a 0,125 |
| Baixo | < 0,025 |

Procedimento de limpeza do cp após o ensaio

Descreve a metodologia que se deve usar para limpeza dos produtos de corrosão nos diversos metais

ASTM
INTERNATIONAL

Designation: G 1 – 03

Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens¹

This standard is issued under the fixed designation G 1; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This practice covers suggested procedures for preparing bare, solid metal specimens for tests, for removing corrosion products after the test has been completed, and for evaluating the corrosion damage that has occurred. Emphasis is placed on procedures related to the evaluation of corrosion by mass loss and pitting measurements. **Warning**—In many cases the corrosion product on the reactive metals titanium and zirconium is a hard and tightly bonded oxide that defies removal by chemical or ordinary mechanical means. In many such cases, corrosion rates are established by mass gain rather than mass loss.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use. For specific precautionary statements, see 1 and 7.2.*

2. Referenced Documents

2.1 **ASTM Standards:**

A 262 Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels²
D 1193 Specification for Reagent Water³
D 1384 Test Method for Corrosion Test for Engine Coolants in Glassware⁴
D 2776 Test Methods for Corrosivity of Water in the Absence of Heat Transfer (Electrical Methods)⁵
G 15 Terminology Relating to Corrosion and Corrosion Testing⁶
G 16 Guide for Applying Statistics to Analysis of Corrosion Data⁶

¹This practice is under the jurisdiction of ASTM Committee G01 on Corrosion of Metals and is the direct responsibility of Subcommittee G01.05 on Laboratory Corrosion Tests.

²Current edition approved October 1, 2003. Published October 2003. Originally approved in 1967. Last previous edition approved in 1999 as G 1 – 90 (1999)⁴.

³Annual Book of ASTM Standards, Vol 01.03.

⁴Annual Book of ASTM Standards, Vol 11.01.

⁵Annual Book of ASTM Standards, Vol 15.05.

⁶Discontinued, replaced by Guide G 96. See 1990 Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.02.

⁷Reagent Chemicals, American Chemical Society Specifications, American Chemical Society, Washington, DC. For suggestions on the testing of reagents not listed by the American Chemical Society, see Analytical Standards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K., and the United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD.

3. Terminology

3.1 See Terminology G 15 for terms used in this practice.

4. Significance and Use

4.1 The procedures given are designed to remove corrosion products without significant removal of base metal. This allows an accurate determination of the mass loss of the metal or alloy that occurred during exposure to the corrosive environment.

4.2 These procedures, in some cases, may apply to metal coatings. However, possible effects from the substrate must be considered.

5. Reagents and Materials

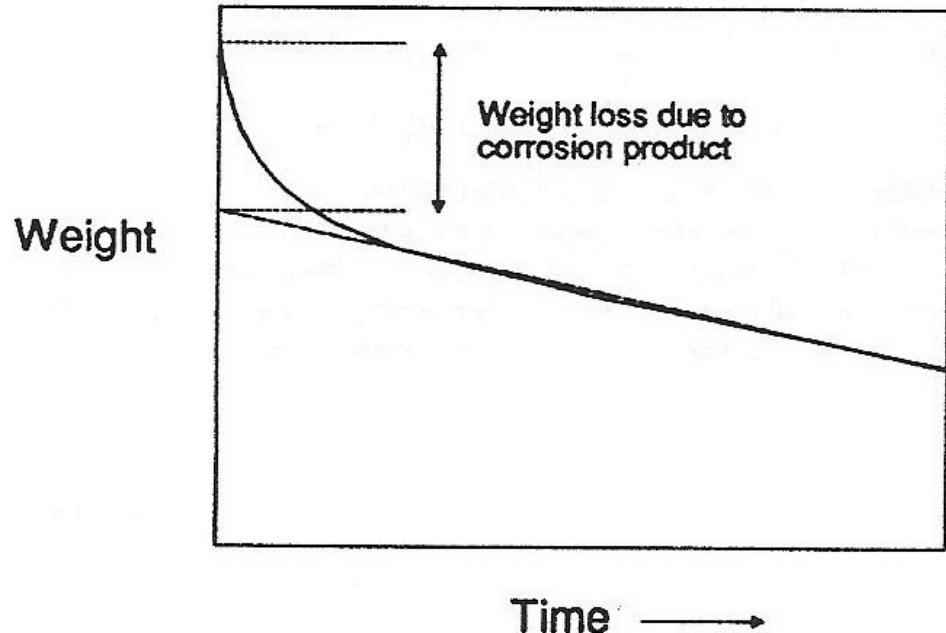
5.1 **Purity of Reagents**—Reagent grade chemicals shall be used in all tests. Unless otherwise indicated, it is intended that all reagents conform to the specifications of the Committee on Analytical Reagents of the American Chemical Society where such specifications are available.⁷ Other grades may be used, provided it is first ascertained that the reagent is of sufficiently high purity to permit its use without lessening the accuracy of the determination.

5.2 **Purity of Water**—Unless otherwise indicated, references to water shall be understood to mean reagent water as defined by Type IV of Specification D 1193.

Copyright © ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States.

Remoção dos Produtos de corrosão

- Curva de decapagem
 - Pesagens sucessivas após a remoção do produto de corrosão até o ataque metal
- Branco
 - Usar o mesmo procedimento de limpeza do cp ensaiado em um não-ensaiado para fins de cálculos da taxa de corrosão



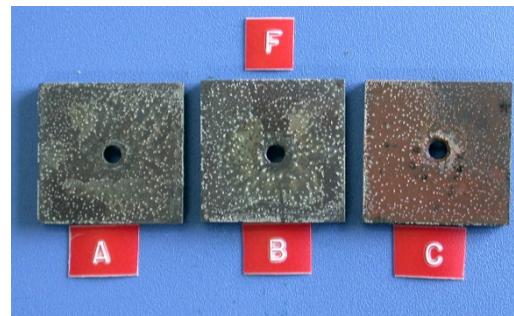
Ensaios de imersão



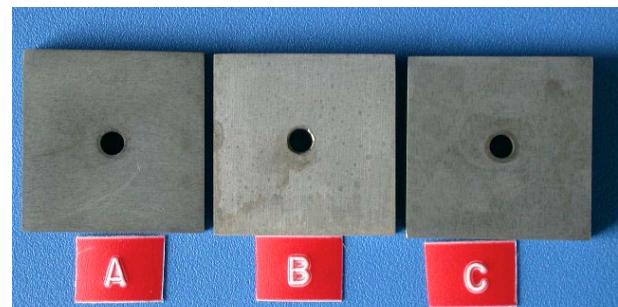
Avaliação do resíduo de corrosão



Altas T e P



Após a decapagem



$$T_c = \frac{K \times \Delta M_c}{A \times t \times r}$$

T_c = Taxa de corrosão uniforme, expressa em mm/ano;

ΔM_c = Perda de massa corrigida, perda de massa dos cps ensaiados após limpeza química, menos a perda de massa dos cps não ensaiados após limpeza química, expressa em gramas;

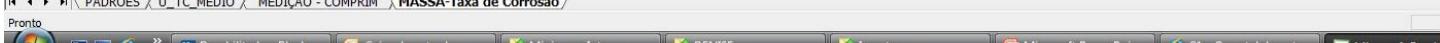
A = Área do cp, em cm²;

T = Tempo de ensaio, expresso em horas :

r = Massa específica do material metálico ensaiado 7,86 g / cm³ (aço carbono);

K = Fator de conversão para mm/ano: 8,76 x 10⁴.

Planilha para cálculo da taxa de corrosão

| CÁLCULO DA TAXA DE CORROSÃO POR PERDA DE MASSA | | | | | | | | | | | | LACOR |
|--|-------------------------|----------|--------------------------------|-----------------------------|------------------------|----------|---------------|---------------|------------------|---------------|----------|-----------------|
| | | | | | | | | | | | | RQ - 025 Rev.01 |
| CP | Cód. Balança: 0009 | | | MASSA DOS CORPOS-DE-PROVA | | | | | | | | Δ M (g) |
| | MASSA INICIAL (g) | | | MASSA FINAL (g) | | | | Determinações | | Média | Desvio | |
| | Determinações | | Média | Desvio | Determinações | | Média | Desvio | | | | |
| MEIO: | Água lab 612 | | | | | | | | | | | |
| CP - 1 | 7,16887 | 7,16880 | 7,16874 | 7,16880 | 6,51E-05 | 7,18867 | 7,18856 | 7,18840 | 7,18854 | 0,000136 | -0,01974 | |
| CP - 2 | 7,24931 | 7,24937 | 7,24940 | 7,24936 | 4,58E-05 | 7,09770 | 7,09800 | 7,09763 | 7,09778 | 0,000197 | 0,15158 | |
| CP - 3 | 7,22183 | 7,2217 | 7,22184 | 7,22179 | 7,81E-05 | 7,15350 | 7,15355 | 7,15348 | 7,15351 | 3,61E-05 | 0,06828 | |
| BRANCO | | | | | | | | | | | | |
| Bco1 | 6,70725 | 6,70756 | 6,70752 | 6,70744 | 0,000169 | 6,64757 | 6,64727 | 6,64762 | 6,64749 | 0,000189 | 0,05996 | |
| Bco2 | 6,78811 | 6,78834 | 6,78841 | 6,78829 | 0,000157 | 6,72167 | 6,72171 | 6,72169 | 6,72169 | 2E-05 | 0,06660 | |
| Bco3 | 6,73253 | 6,73261 | 6,73255 | 6,73256 | 4,16E-05 | 6,65887 | 6,65876 | 6,65913 | 6,65892 | 1,900E-04 | 0,07364 | |
| | | | | | | | | | | | | |
| TAXA DE CORROSÃO | | | | | | | | | | | | |
| CP | Área (cm ²) | Δ M (g) | Δ M / A (g / cm ²) | Δ Mc (g / cm ²) | ρ (g/cm ³) | k | t (h) | Tc (mm/ano) | Temédia (mm/ano) | Desvio padrão | | |
| MEIO: | | | | | | | | | | | | |
| CP - 1 | 12,643 | -0,01974 | -0,00156 | -0,00698 | 7,86 | 8,76E+04 | 336 | -0,231646 | | | | |
| CP - 2 | 12,750 | 0,15158 | 0,01189 | 0,00647 | 7,86 | 8,76E+04 | 336 | 0,214485 | -0,006534 | 0,223094 | | |
| CP - 2 | 12,766 | 0,06828 | 0,00535 | -0,00007 | 7,86 | 8,76E+04 | 336 | -0,002439 | | | | |
| Bco1 | 12,274 | 0,05996 | 0,00488 | Média ΔMc bco | | | | | U± 0,000272 | | | |
| Bco2 | 12,344 | 0,06660 | 0,00540 | | | 0,00542 | | | | | | |
| Bco3 | 12,300 | 0,07364 | 0,00599 | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| Ensaio | | | | | | | | | | | | |
| Início | Fim | | | | | | Calculado por | Conferido por | | | | |
| ##### | ##### | | | | | | Data: | Data: | | | | |
| 31 | 32 | 33 | 34 | 35 | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | |
| PADRÕES \ U_TC_MÉDIO \ MEDAÇÃO - COMPRIM \ MASSA-Taxa de Corrosão / | | | | | | | | | | | | |
| Pronto | | | | | | | | | | | | |
|  | | | | | | | | | | | | |

Tempo do ensaio: 80 dias, Temperatura ambiente (+/- 25 °C)

Antes da decapagem

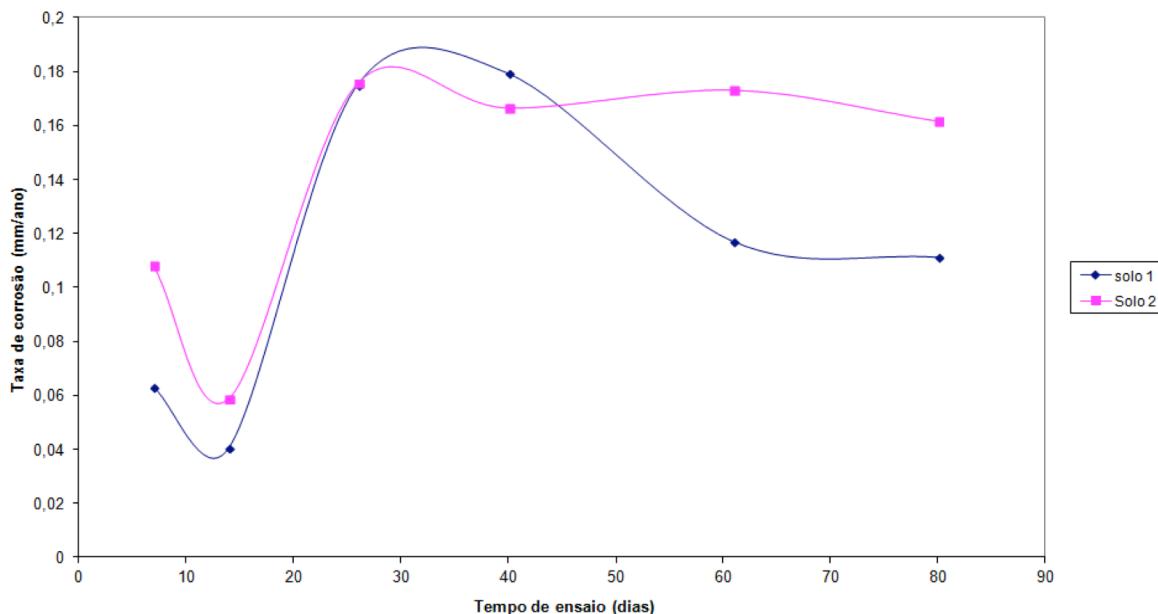


Após decapagem

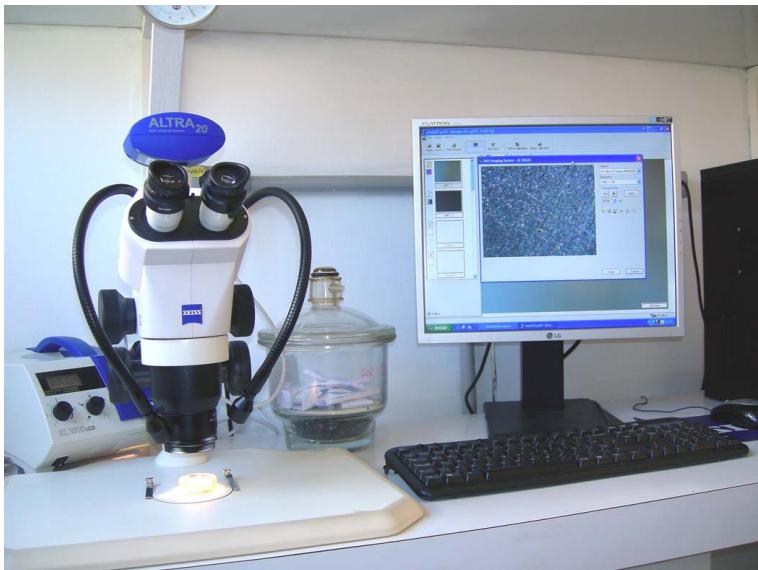


Corrosão generalizada apresentando incrustações de solo em toda a superfície dos corpos de prova de difícil remoção.

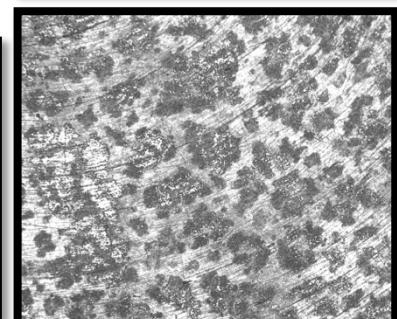
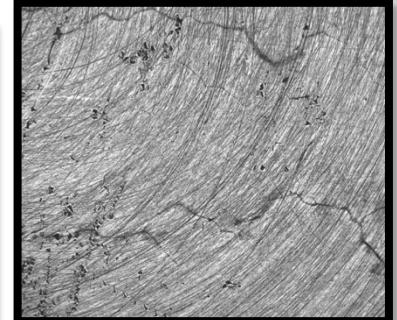
Taxa de corrosão de aço carbono 1020 totalmente enterrado nos solos 1 e 2



Avaliação da morfologia da corrosão estéreo-microscópio



Aumento máximo 50x



• ASTM G46

Avaliação da corrosão localizada



Designation: G 46 – 94 (Reapproved 2005)

Standard Guide for Examination and Evaluation of Pitting Corrosion¹

This standard is issued under the fixed designation G 46; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This guide covers the selection of procedures that can be used in the identification and examination of pits and in the evaluation of pitting (See Terminology G 15) corrosion to determine the extent of its effect.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*²

E 3 Methods of Preparation of Metallographic Specimens
G 1 Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens

G 15 Terminology Relating to Corrosion and Corrosion Testing

G 16 Guide for Applying Statistics to Analysis of Corrosion Data

2.2 *National Association of Corrosion Engineers Standard: NACE RP-01-73 Collection and Identification of Corrosion Products*³

3. Significance and Use

3.1 It is important to be able to determine the extent of pitting, either in a service application where it is necessary to predict the remaining life in a metal structure, or in laboratory test programs that are used to select the most pitting-resistant materials for service.

4. Identification and Examination of Pits

4.1 *Visual Inspection*—A visual examination of the corroded metal surface is usually beneficial, and this is done under

¹ This practice is under the jurisdiction of ASTM Committee G01 on Corrosion of Metals, and is the direct responsibility of Subcommittee G01.05 on Laboratory Corrosion Tests.

Current edition approved May 1, 2005. Published May 2005. Originally approved in 1976. Last previous edition approved in 1999 as G 46 – 94 (1999).

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ Insert in *Materials Protection and Performance*, Vol 12, June 1973, p. 65.

ordinary light, with or without the use of a low-power magnifying glass, to determine the extent of corrosion and the apparent location of pits. It is often advisable to photograph the corroded surface at this point so that it can be compared with the clean surface after the removal of corrosion products.

4.1.1 If the metal specimen has been exposed to an unknown environment, the composition of the corrosion products may be of value in determining the cause of corrosion. Follow recommended procedures in the removal of particulate corrosion products and reserve them for future identification (see NACE RP-01-73).

4.1.2 To expose the pits fully, use recommended cleaning procedures to remove the corrosion products and avoid solutions that attack the base metal excessively (see Practice G 3). It may be advisable during cleaning to probe the pits with a pointed tool to determine the extent of undercutting or subsurface corrosion (Fig. 1). However, scrubbing with a stiff bristle brush will often enlarge the pit openings sufficiently for removal of corrosion products, or undercut metal to make pits easier to evaluate.

4.1.3 Examine the cleaned metal surface under ordinary light to determine the approximate size and distribution of pits. Follow this procedure by a more detailed examination through a microscope using low magnification (20×).

4.1.4 Determine the size, shape, and density of pits. A visual examination of the metal surface may show a round, elongated, or irregular opening, but it seldom provides an accurate indication of corrosion beneath the surface. Thus, it is often necessary to cross section the pit to see its actual shape and to determine its true depth. Several variations in the cross-sectional shape of pits are shown in Fig. 1.

4.1.4.2 It is a tedious job to determine pit density by counting pits through a microscope eyepiece, but the task can be made easier by the use of a plastic grid. Place the grid, containing 3 to 6-mm squares, on the metal surface. Count and record the number of pits in each square, and move across the grid in a systematic manner until all the surface has been covered. This approach minimizes eyestrain because the eyes can be taken from the field of view without fear of losing area of interest.

4.1.5 *Metallographic Examination*—Select and cut out a representative portion of the metal surface containing the pits and prepare a metallographic specimen in accordance with

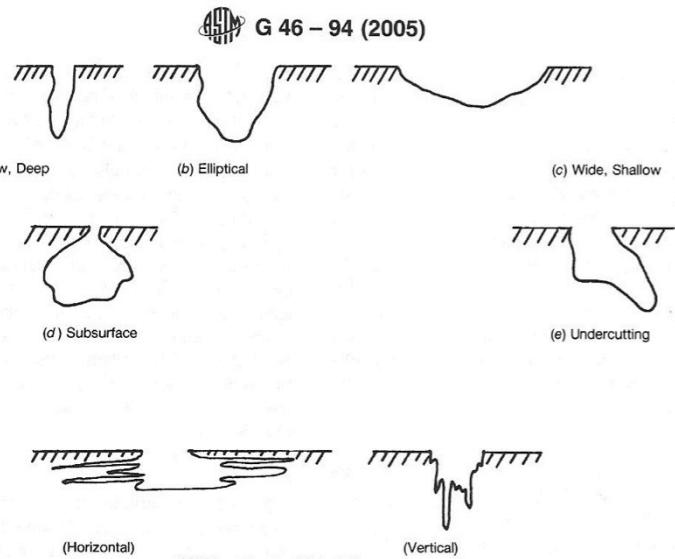


FIG. 1 Variations in the Cross-Sectional Shape of Pits

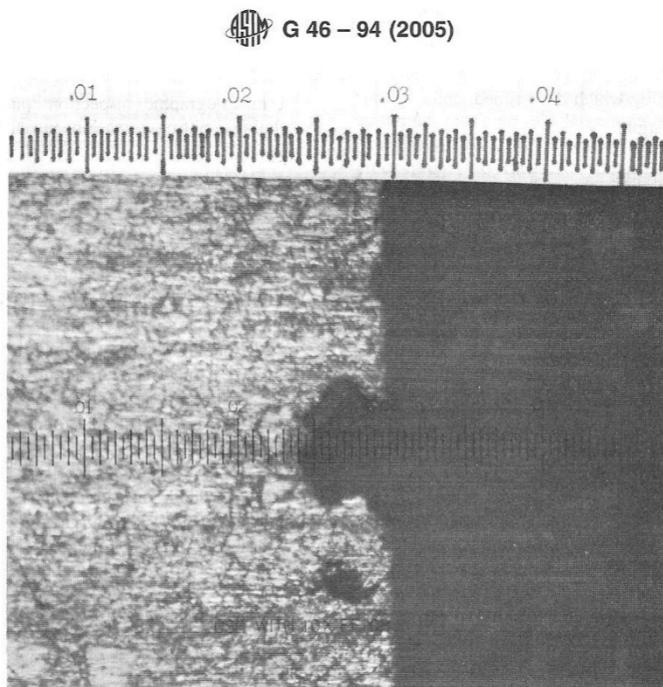
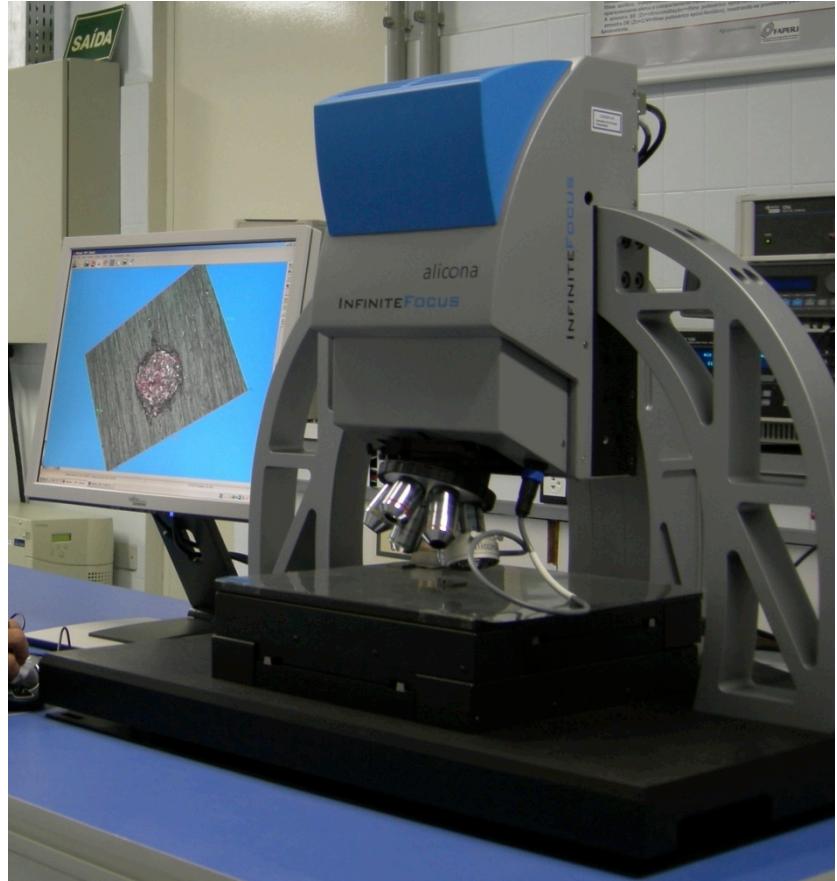


FIG. A1.1 Cross Section of Pit Used for Depth Measurements in Table A1 (Each Scale Division Equals 0.0005 in. (13 μ m))

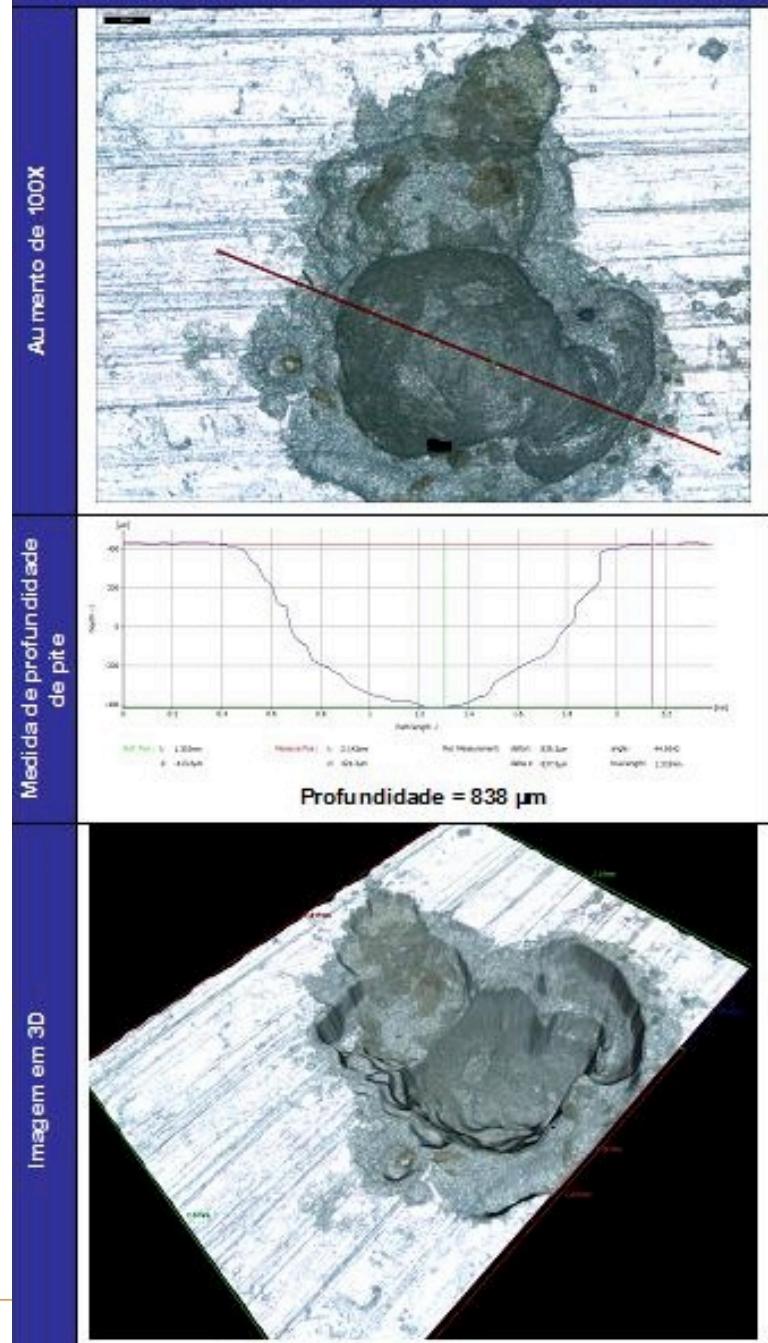
| | <u>A</u> <u>DENSITY</u> | <u>B</u> <u>SIZE</u> | <u>C</u> <u>DEPTH</u> |
|---|--------------------------------|-------------------------|--------------------------|
| 1 | | | |
| | $2.5 \times 10^3 / \text{m}^2$ | 0.5 mm^2 | 0.4 mm |
| 2 | | | |
| | $1 \times 10^4 / \text{m}^2$ | 2.0 mm^2 | 0.8 mm |
| 3 | | | |
| | $5 \times 10^4 / \text{m}^2$ | 8.0 mm^2 | 1.6 mm |
| 4 | | | |
| | $1 \times 10^5 / \text{m}^2$ | 12.5 mm^2 | 3.2 mm |
| 5 | | | |
| | $5 \times 10^5 / \text{m}^2$ | 24.5 mm^2 | 6.4 mm |

FIG. 2 Standard Rating Charts for Pits

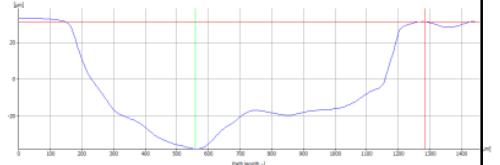
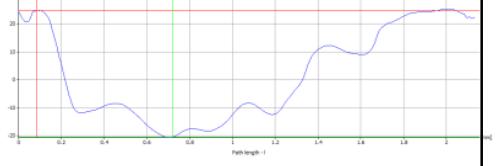
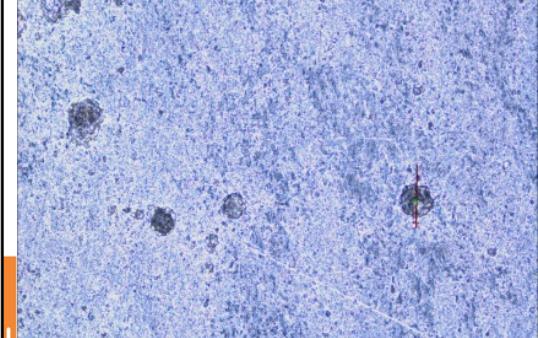
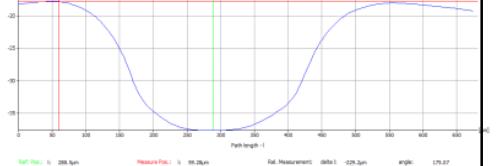
Microscópio digital para análise de imagens



Detalhes das regiões atacadas das guias – Registros microscópicos

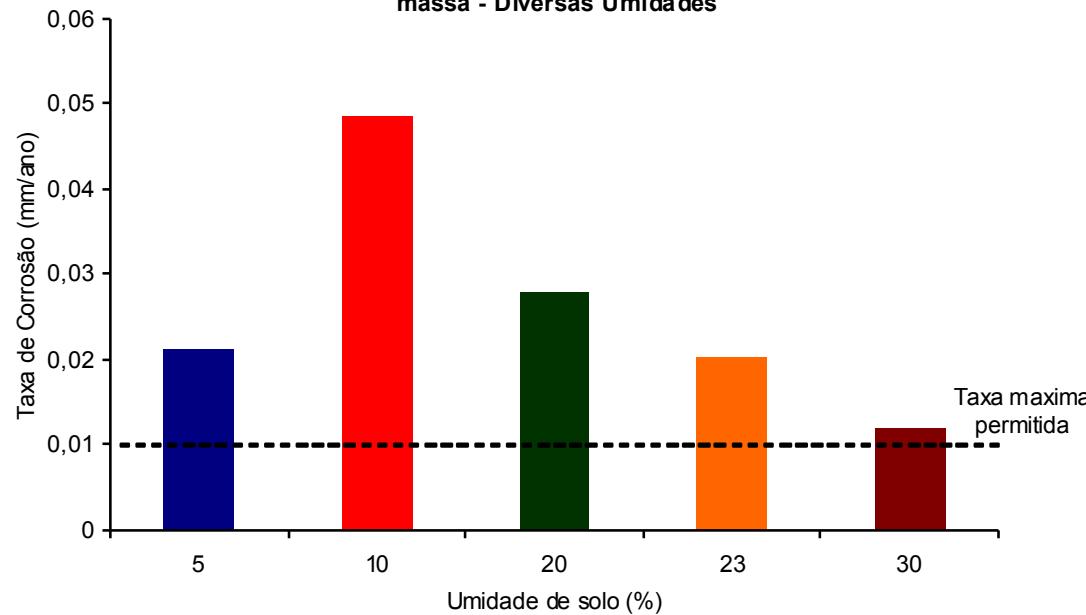


CORROSÃO DE TOPO – ENSAIO DE LONGA DURAÇÃO (21 DIAS)

| Foto após a decapagem (50X) | Perfil/ Profundidade | Taxa de corrosão uniforme (mm/ano) |
|--|--|------------------------------------|
|  |  <p>68,72 µm</p> | 0,18 |
|  |  <p>45,17 µm</p> | 0,26 |
|  |  <p>19,77 µm</p> | 0,03 |

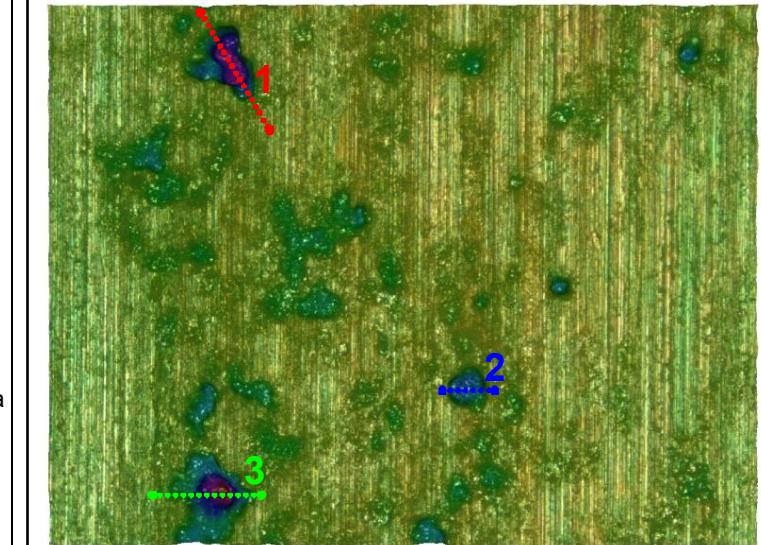
Avaliação da profundidade e densidade de pites

Taxa de Corrosão do aço carbono 1020 no solo em ensaio de perda de massa - Diversas Umidades



Material: Aço Carbono 1020 - Após do ensaio

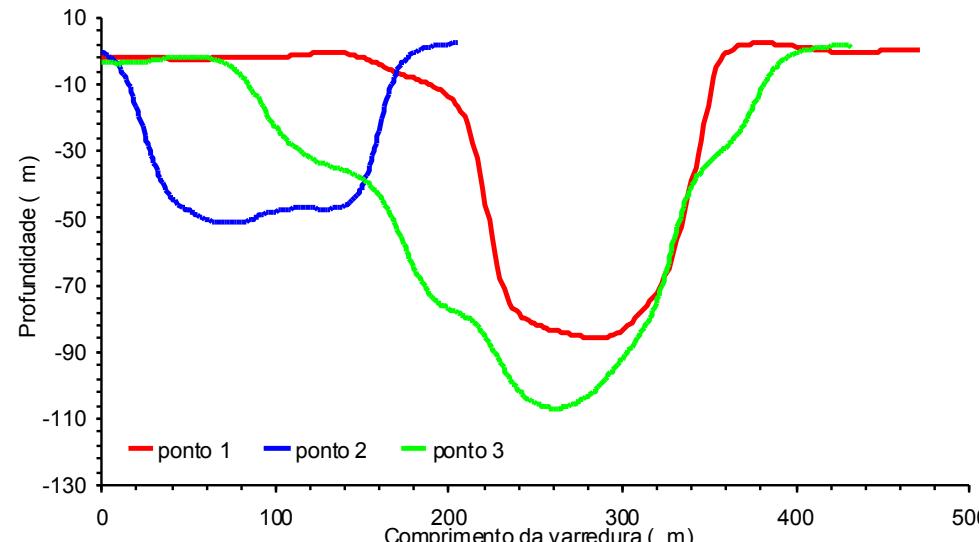
5 % de umidade



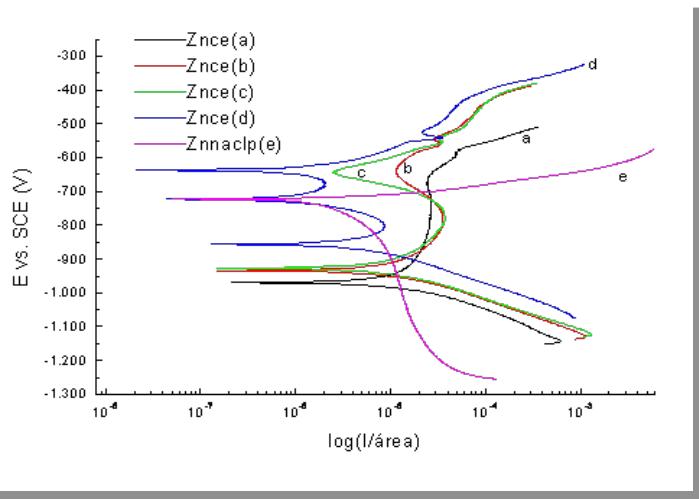
Taxa de corrosão

Análise da morfologia da corrosão

Perfil de superfície para aço carbono 1020 em solo com 5 % umidade em ensaios de perda de massa



Medidas de polarização



Determinam o comportamento anódico/catódico dos materiais através curvas de polarização, $E(V)$ vs i . Têm como objetivo verificar a agressividade das soluções e seu efeito sobre os metais através das correntes resultantes, da faixa de passivação e da incidência de corrosão localizada na forma de pites.



Designation: G 5 – 94 (Reapproved 2004)

Standard Reference Test Method for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements¹

This standard is issued under the fixed designation G 5; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ε) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 This test method covers an experimental procedure for checking experimental technique and instrumentation. If followed, this test method will provide repeatable potentiostatic and potentiodynamic anodic polarization measurements that will reproduce data determined by others at other times and in other laboratories provided all laboratories are testing reference samples from the same lot of Type 430 stainless steel.

1.2 Values stated in SI units are to be regarded as the standard. Inch-pound units given in parentheses are for information only.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:²

E 1338 Guide for the Identification of Metals and Alloys in Computerized Material Property Databases

G 3 Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing

G 107 Guide for Formats for Collection and Compilation of Corrosion Data for Metals for Computerized Database Input

3. Significance and Use

3.1 The availability of a standard procedure, standard material, and a standard plot should make it easy for an investigator to check his techniques. This should lead to polarization curves in the literature which can be compared with confidence.

3.2 Samples of a standard ferritic Type 430 stainless steel (UNS S43000) used in obtaining standard reference plot are available for those who wish to check their own test procedure and equipment.³

3.3 Standard potentiostatic and potentiodynamic polarization plots are supplied with the purchase of the reference material. These reference data are based on the results from different laboratories that followed the standard procedure, using that material in 1.0 N H_2SO_4 . Maximum and minimum current values are shown at each potential to indicate the acceptable range of values.

3.4 This test method may not be appropriate for polarization testing of all materials or in all environments.

3.5 This test method is intended for use in evaluating the accuracy of a given electrochemical test apparatus, not for use in evaluating materials performance. Therefore, the use of the plots in Figs. 1 and 2 or Appendix X2 is not recommended to evaluate alloys other than Type 430, or lots of Type 430 other than those available through ASTM. The use of the data in this test method in this manner is beyond the scope and intended use of this test method. Users of this test method are advised to evaluate test results relative to the scatter bands corresponding to the particular lot of Type 430 stainless steel that was tested.

4. Apparatus

4.1 The test cell should be constructed to allow the following items to be inserted into the solution chamber: the test electrode, two auxiliary electrodes, a Luggin capillary with salt-bridge connection to the reference electrode, inlet and outlet for an inert gas, and a thermometer. The test cell shall be constructed of materials that will not corrode, deteriorate, or otherwise contaminate the test solution.

Note 1—Borosilicate glass and TFE-fluorocarbon have been found suitable.

4.1.1 A suitable cell is shown in Fig. 3 (1).⁴ A 1-L, round-bottom flask has been modified by the addition of various

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee G01 on Corrosion of Metals and is the direct responsibility of G01.11 on Electrochemical Measurements in Corrosion Testing.

Current edition approved Nov 1, 2004. Published November 1, 2004. Originally approved in 1969. Last previous edition approved in 1999 as G 5 – 94 (1999)¹¹.

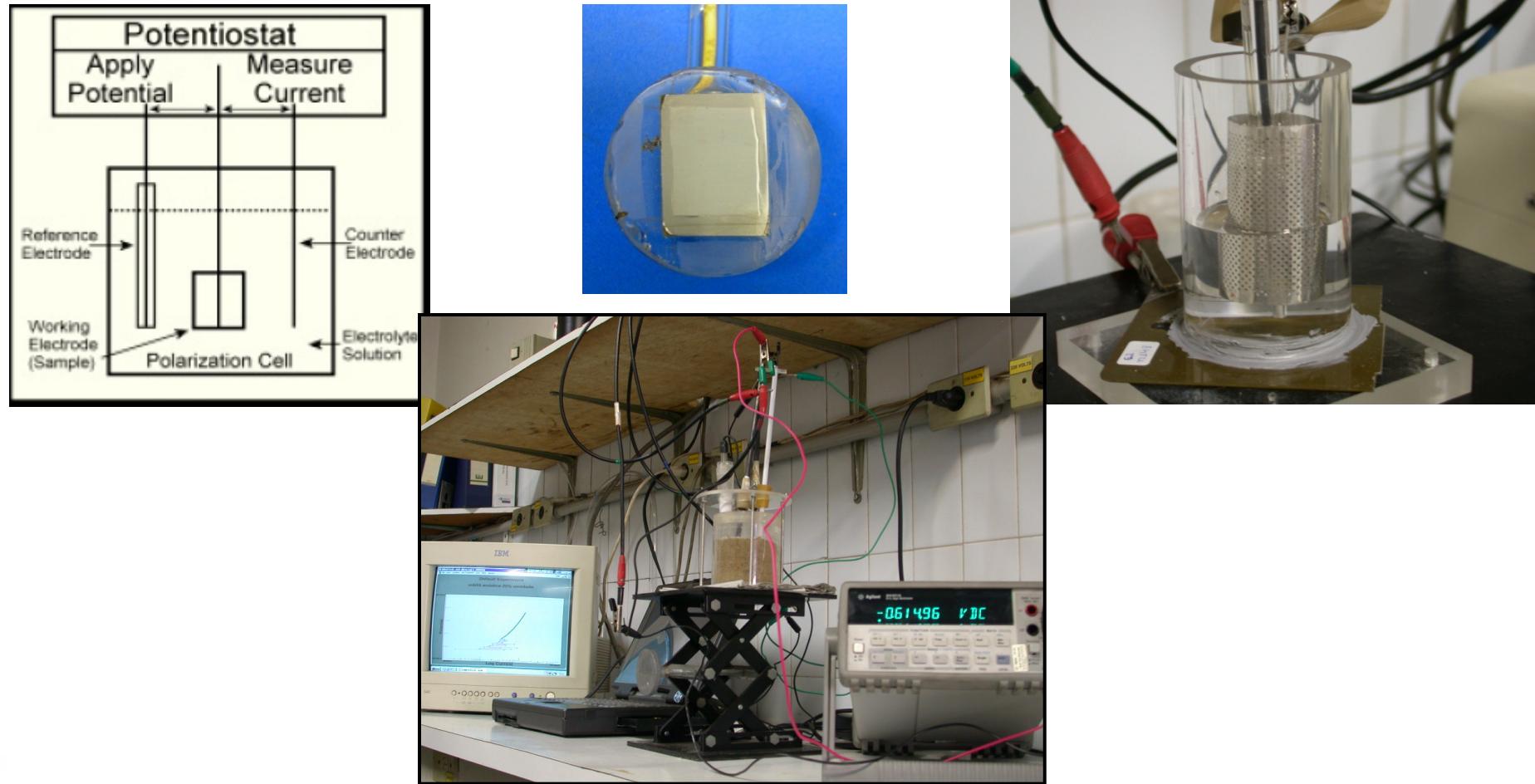
² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

³ These standard samples are available from Metal Samples, P.O. Box 8, Munford, AL 36268. Generally, one sample can be repolished and reused for many runs. This procedure is suggested to conserve the available material.

⁴ The boldface numbers in parentheses refer to the list of references at the end of this test method.



Equipamentos necessários para polarizações (método destrutivo)



Polarização e Taxa de Corrosão

- A densidade de corrente é estimada através das curvas de polarização;
- Pode ser expressa por perda de massa por unidade de área por tempo ou em carga por espessura por tempo usando a Lei de faraday:

$$TC \left[\mu g / (m^2 \text{ sec}) \right] = 10^6 \left[\frac{i_{corr} M}{FZ} \right] \quad \text{ou} \quad TC (\mu m/y) = 3,15 \times 10^7 \frac{[i_{corr} M]}{FzD}$$

Onde: i_{corr} (densidade de corrente) em amp/m²
M (peso molecular) em g/mol
F (constante de Faraday) 96.490 coulombs/
equivalente

Polarização e Taxa de Corrosão

EFEITO DA VELOCIDADE E PASSIVACÃO

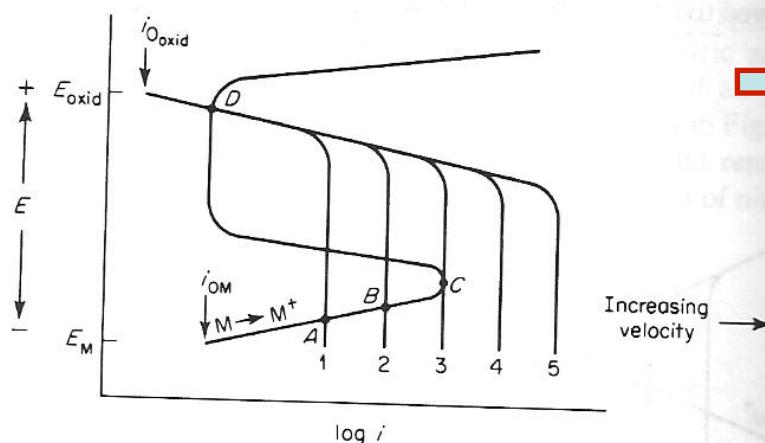


Figure 10-5 Effect of velocity on the electrochemical behavior of an active metal under diffusion control.

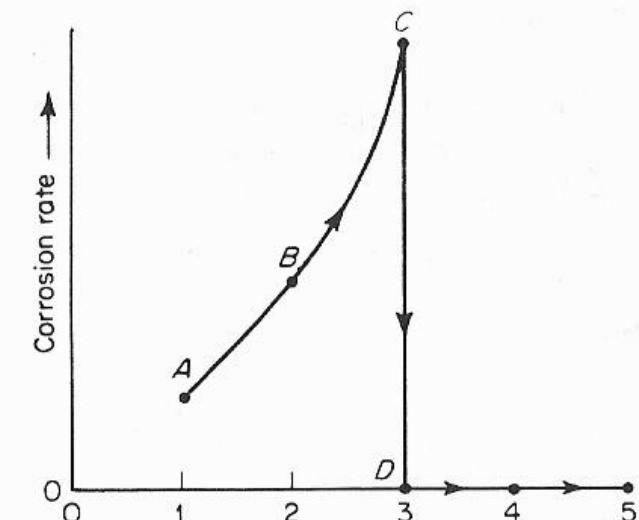


Figure 10-6 Corrosion rate vs. $\log i$ for an active metal in an electrolyte under complete diffusion control.

Polarização e Taxa de Corrosão

EFEITO DA VELOCIDADE E PASSIVAÇÃO

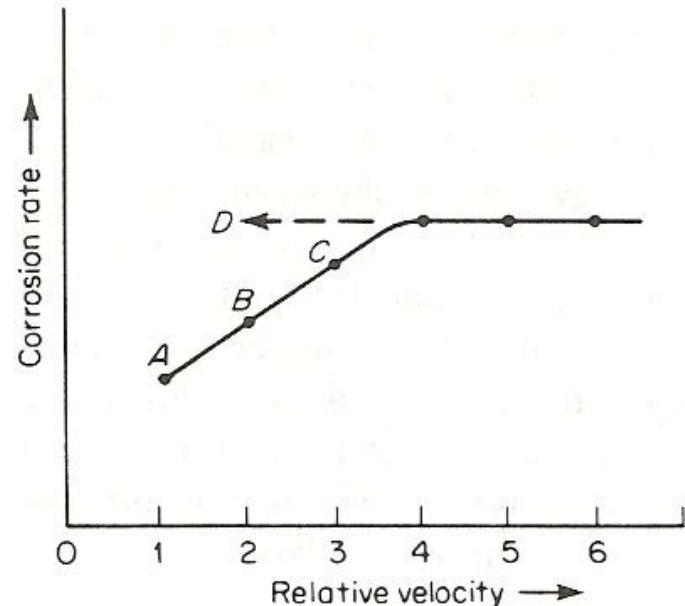
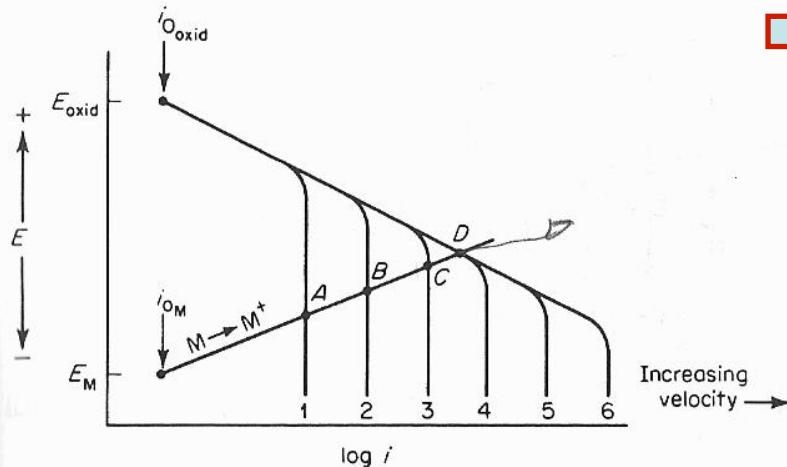


Figure 10-3 Effect of velocity on the electrochemical behavior of a normal metal corroding with a diffusion-controlled cathodic process.

Avaliações de revestimentos orgânicos

- **Cyclic Corrosion Tests - Petrobras**; ensaio com sistema de pintura exposto à Névoa Salina Neutra por 72 horas (ISO 7253 com cloreto de sódio), colocado à temperatura de -10°C e então posto em câmara UV-A por 72 horas (ASTM G53) por 25 ciclos
- **Cathodic Disbondment (ASTM G8)** sistema de pintura colocado a um potencial de -1,5V através de anodo de sacrifício de magnésio em solução de 1% cloreto de sódio, 1% sulfato de sódio e 1% de carbonato de sódio à temperatura de 20-25°C por 30 dias
- **Xylene resistance (immersion)** ensaio de imersão em fluido de teste por 2000 horas, à temperatura ambiente
- **Artificial sea water (ASTM D 1141)** ensaio de imersão em fluido de teste por 2000 horas, à temperatura de 40°C amostra
- **Adhesion, Pull-off test (ASTM-4541A4, CSt3 ISSO 8501-1 WET)**, ensaio de aderência com sistema de pintura, 5 pontos para um corpo-de-prova
- **Adhesion, Pull-off test (ASTM-4541A4, Sa 2½ ISSO 8501-1 WET)**, ensaio de aderência com sistema de pintura, 5 pontos para um corpos-de-prova

Avaliação de revestimentos em ambientes marinhos

- Simulação de ambientes marinhos: ASTM B-117, NBR 8094 e ISO 9227 Ensaios de Exposição à Névoa Salina



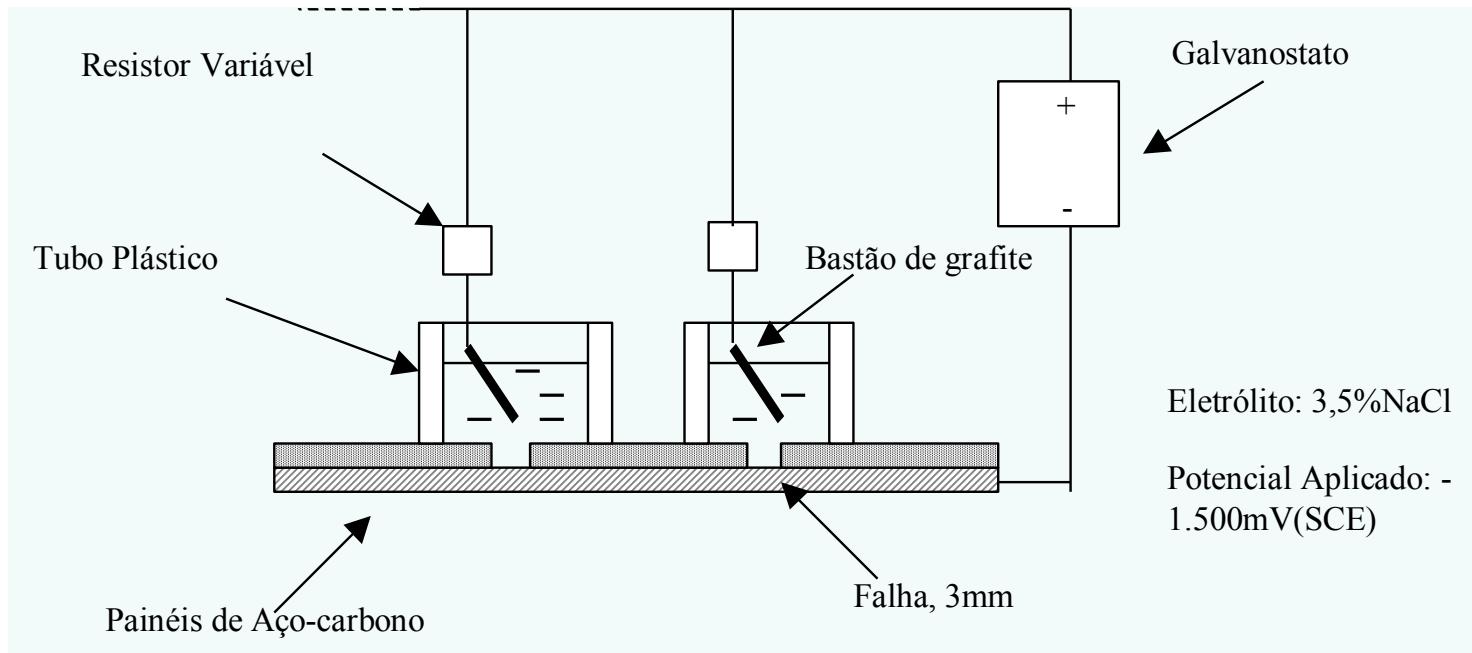
Revestimentos e a corrosividade



MEIOS - ÁCIDOS & SOLVENTES
TINTAS DE ALTO DESEMPENHO

Avaliação de revestimentos de dutos enterrados

- Descolamento catódico



| | |
|--------------|---|
| NACE RP0394 | Apêndice M: Teste de polarização estressante (para determinação do efeito de estresse quando a proteção catódica é aplicada) |
| NACE RP0399 | Aplicação em planta, sistema externo de coaltar enamel: Aplicação, desempenho e controle de qualidade |
| NACE RP0602 | Aplicação em campo, sistema externo de coaltar enamel: Aplicação, desempenho e controle de qualidade |
| CSA Z245.20: | Seção 12.8: Descolamento catódico de revestimentos (3,0-3,2-mm diâmetro de falha; espessura de revestimento não especificado; 1,5V, $20\pm3^{\circ}\text{C}$ para mínimo de 28 dias; e $65\pm3^{\circ}\text{C}$ para mínimo de 24h). Critério de aceitação: Teste de qualificação de revestimento (24hr, 6,6mm raio máximo e 28 dias CD 8,5mm raio máximo), Teste requerido para revestimento em laboratório (24hr 6,5-mm raio máx) e Revestimentos em produção (11,5mm máx a 24hr) |
| CSA Z245.20: | Seção 12.13: Descolamento catódico de revestimento sob estresse (28 dias de descolamento em fenda para qualificação de revestimento) |
| CSA Z245.21: | Seção 12.3: Descolamento catódico para revestimentos (falha 6,4mm, 1,5V, $20\pm3^{\circ}\text{C}$ para mínimo de 28 dias, critério de aceitação 12mm máx; e 3,5V, $65\pm3^{\circ}\text{C}$ para mínimo de 24h. |

| | |
|-------------|---|
| ASTMG8 | Teste método de descolamento catódico para revestimentos de tubulações |
| ASTM G19 | Teste método de descolamento. Características de revestimentos de tubulações enterradas |
| ASTM G42 | Teste método de descolamento catódico para revestimentos de tubulações sujeitas a elevadas temperaturas |
| ASTM G80 | Teste método de descolamento catódico para revestimentos de tubulações específicas |
| ASTM G95 | Apêndice H: Teste método de descolamento catódico para revestimentos de tubulações (Acoplado ao método de célula) |
| NACE RP0185 | Sistema de Revestimento de resina poliolefina extrudada com adesivos para dutos enterrados e submersos |
| NACE RP0394 | Apêndice H: teste de descolamento catódico 24h ou 28 dias |

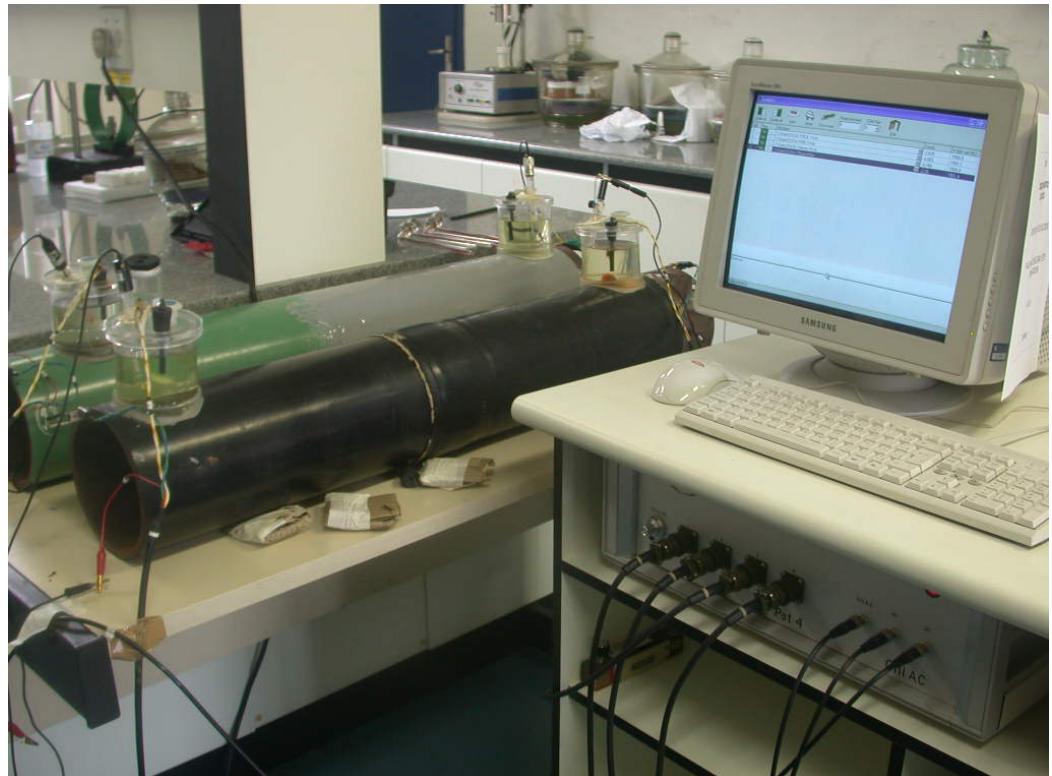
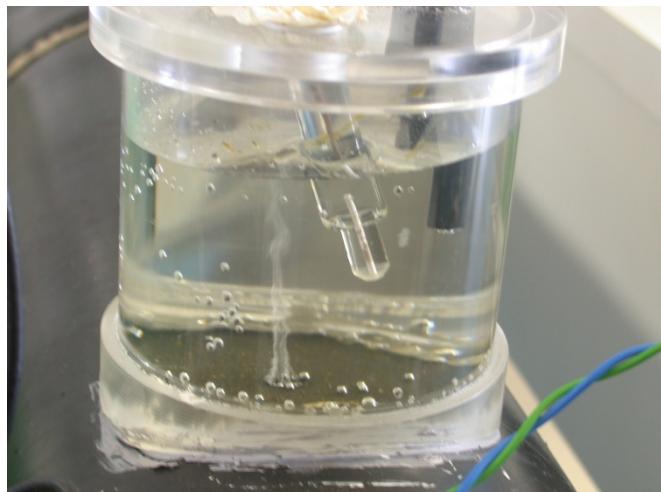
AVALIAÇÃO DE PARÂMETROS DE PROTEÇÃO CATÓDICA SOBRE O DESCOLAMENTO DE REVESTIMENTOS

Ensaios em Campo Controlado

Descolamento catódico

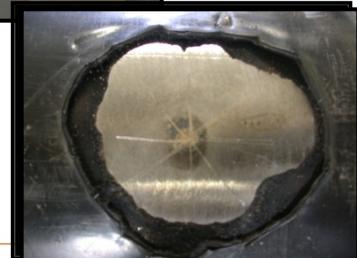
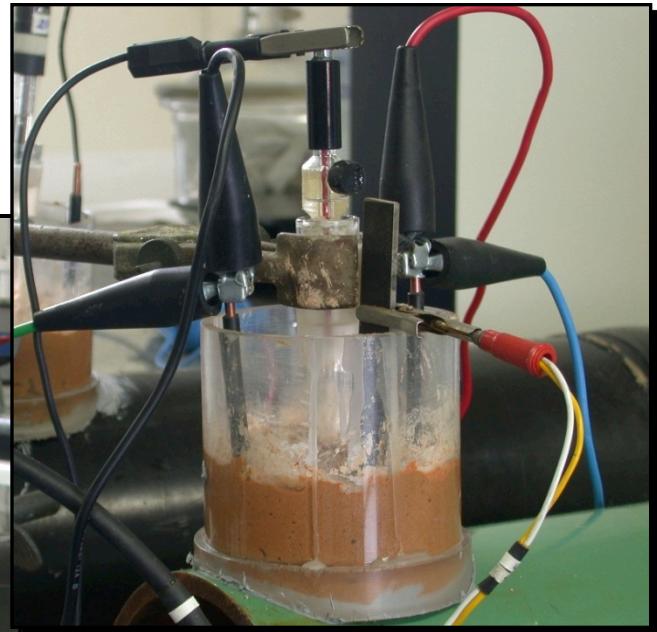
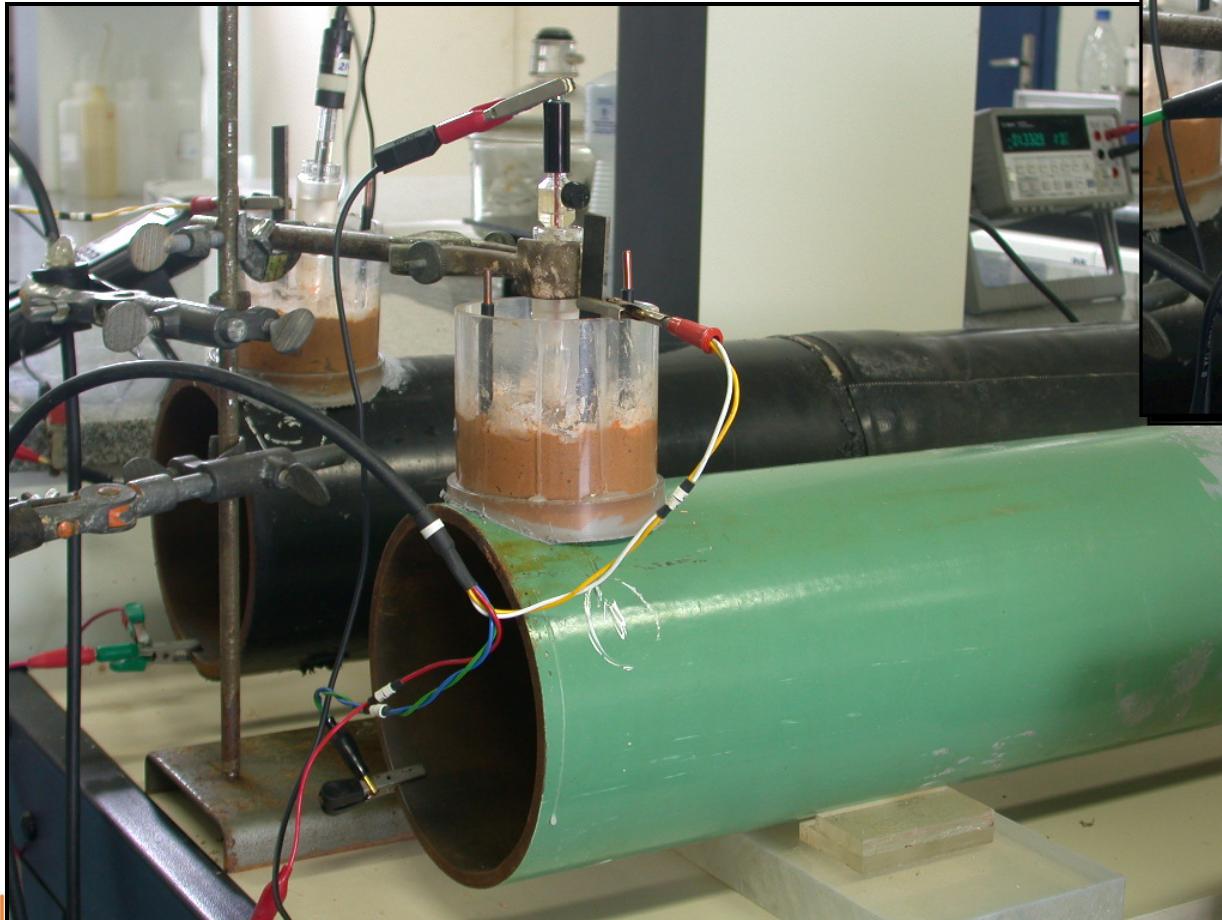
- CAN-CSA 245.20-02: "External Fusion Bond Epoxy Coating for Steel Pipe e
- CAN-CSA 245.21-02: "External Polyethylene Coating for Pipe".

**Comparação do DC entre
eletrólito normalizado e solo**

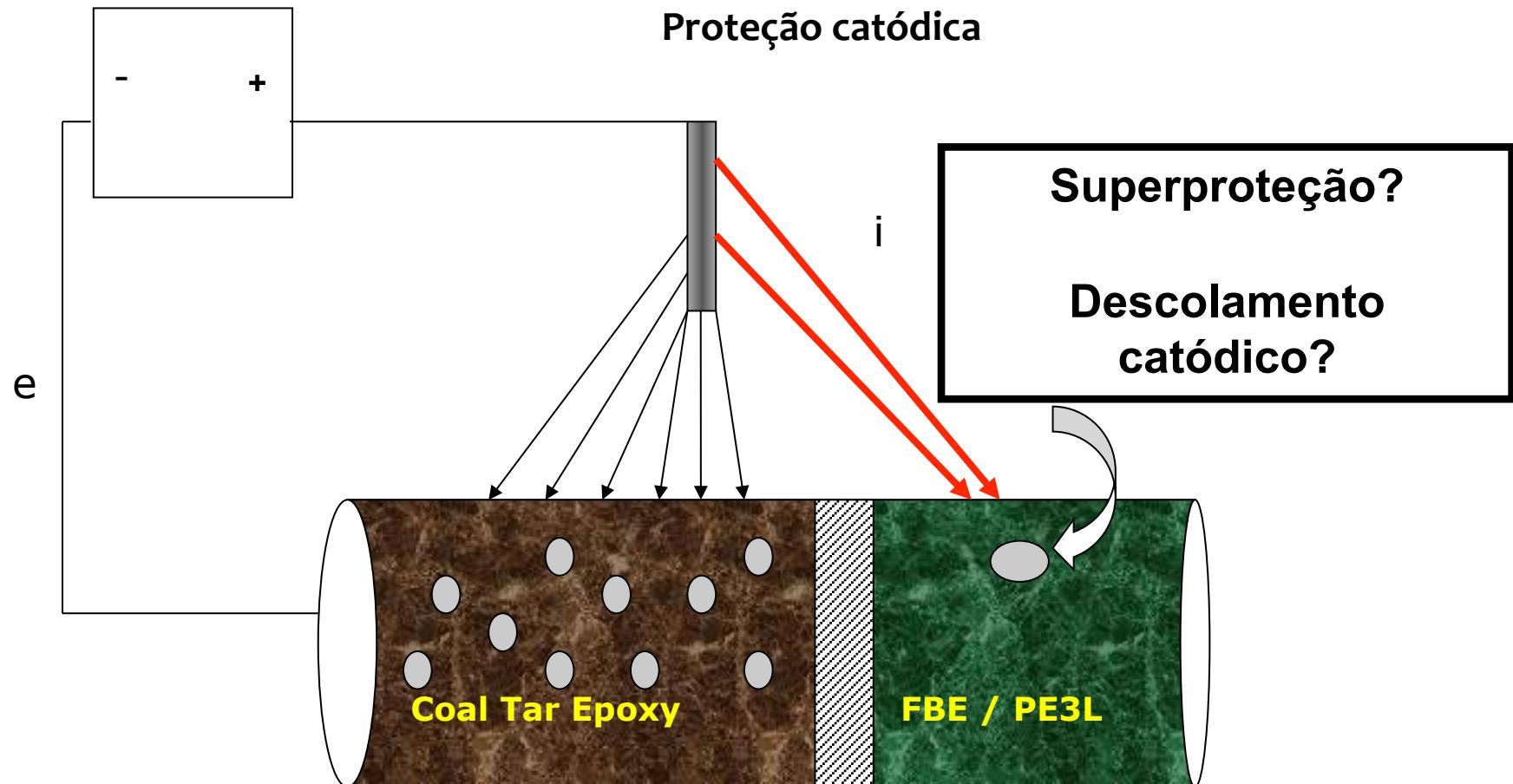


Descolamento catódico em solos

O solo apresentou menor taxa de descolamento com solo



Revestimentos novos em dutos antigos



Envelhecimento dos revestimentos
naturalmente ou devido à danos mecânicos

Substituição por revestimentos de
alto desempenho

Caracterização dos solos

Análise físico-químicas

zona rural - Cachoeiras de Macacu, RJ

zona industrial - Campos Elízeos, RJ

Ensaios laboratoriais

- ✧ Análises químicas e físico-químicas
- ✧ Espectroscopia de fluorescência de Raios-X (FRX) para a determinação dos elementos químicos componentes dos solos;
- ✧ Resistividade em função do teor de umidade;
- ✧ Determinação da capacidade de retenção de umidade;
- ✧ Potencial de corrosão de tubo de aço/solo em vários teores de umidade;
- ✧ Curvas de polarização potenciodinâmicas em função do teor de umidade;
- ✧ Determinação da taxa de corrosão em função do teor de umidade.

Ensaios em campo controlado

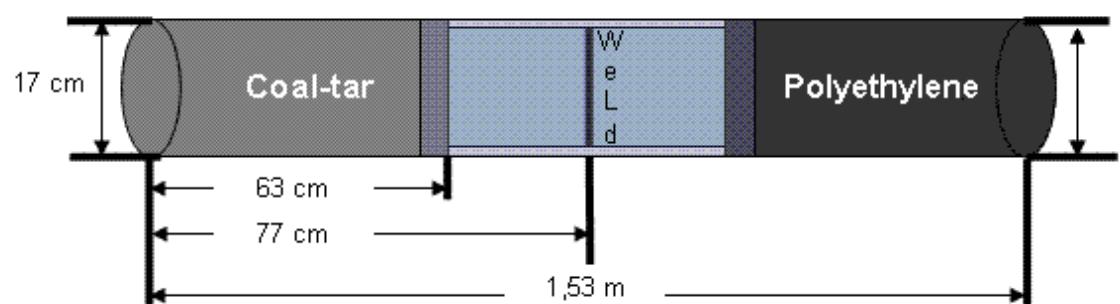


Metodologia

| Potencial | Configuração dos revestimentos dos tubos | |
|----------------------------|--|--|
| E1 | | |
| E2 | | |
| E3 | | |
| E1 | | |
| E2 | | |
| E3 | | |
| PE3L | | |
| COALTAR | | |
| Manta GTS 65 170-500 BK | | |
| Manta WTC 170-500 BK | | |



Heat-shrinkable sleeve

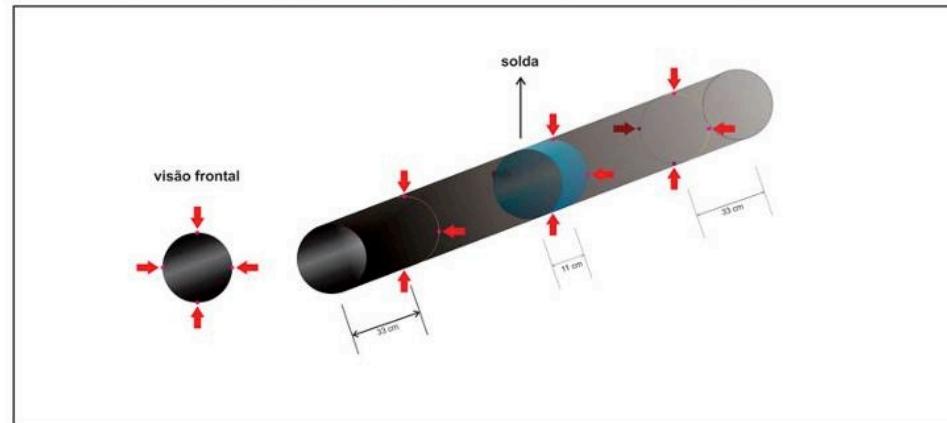


Avaliação de parâmetros de proteção catódica no descolamento de revestimentos

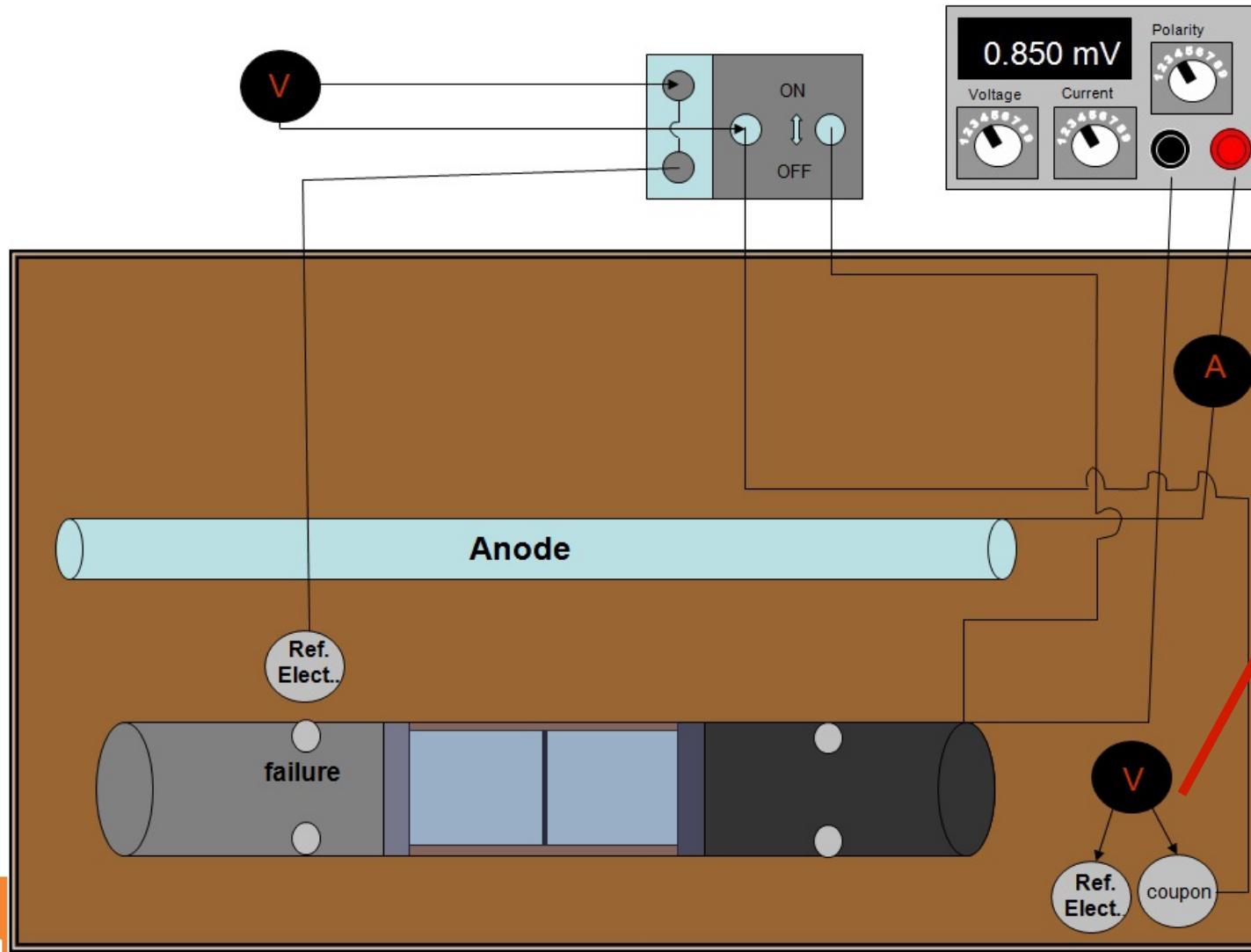
Tabela de relação do conteúdo das caixas

| Caixa | Solo | Tubo | Potencial |
|-------|------|------|-----------|
| 1 | 1 | PCW1 | 225 mV |
| 2 | | PCW2 | -25 mV |
| 3 | | PCW3 | -425 mV |
| 4 | | PCH1 | 225 mV |
| 5 | | PCH2 | -25 mV |
| 6 | | PCH3 | -425 mV |
| 7 | | CCW1 | 225 mV |
| 8 | | CCW2 | -25 mV |
| 9 | | CCW3 | -425 mV |
| 10 | | PPH1 | 225 mV |
| 11 | | PPH2 | -25 mV |
| 12 | | PPH3 | -425 mV |
| 13 | 2 | PPH4 | 225 mV |
| 14 | | PPH5 | -25 mV |
| 15 | | PPH6 | -425 mV |
| 16 | | CCW4 | 225 mV |
| 17 | | CCW5 | -25 mV |
| 18 | | CCW6 | -425 mV |
| 19 | | PCW4 | 225 mV |
| 20 | | PCW5 | -25 mV |
| 21 | | PCW6 | -425 mV |
| 22 | | PCH4 | 225 mV |
| 23 | | PCH5 | -25 mV |
| 24 | | PCH6 | -425 mV |

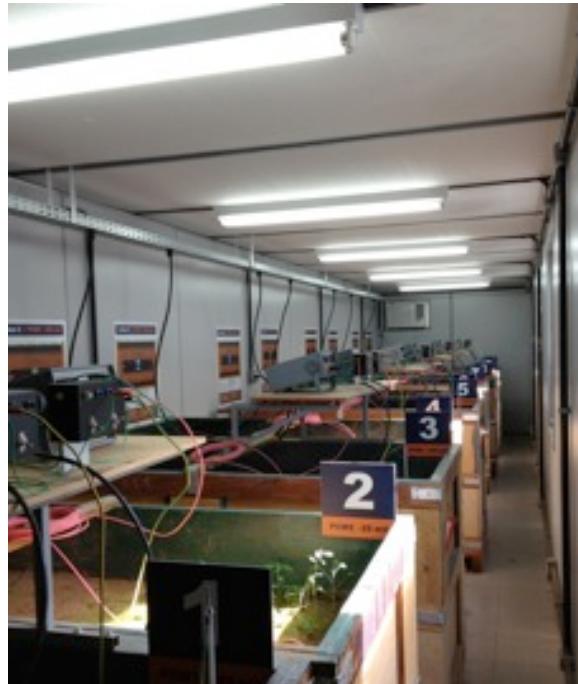
| Legenda | | | |
|---------------|----------------------|----------------------------------|---|
| Solos | 1 | Cachoeira de Macacú (Japuíba) |  |
| | 2 | REDUC |  |
| Revestimentos | P | PE3L (Polietileno tripla camada) |  |
| | C | Coaltar |  |
| Mantas | W | Mastic |  |
| | H | Hotmelt |  |
| Potenciais | Zn/ZnSO ₄ | |  |
| | 225 mV | → | -850 mV |
| | -25 mV | → | -1100 mV |
| | -425 mV | → | -1500 mV |



Sistemas de Proteção Catódica

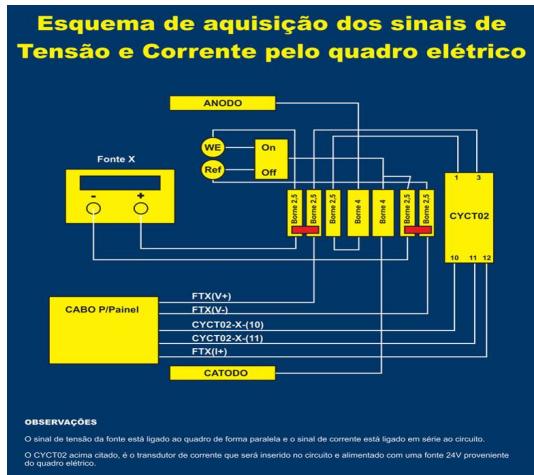
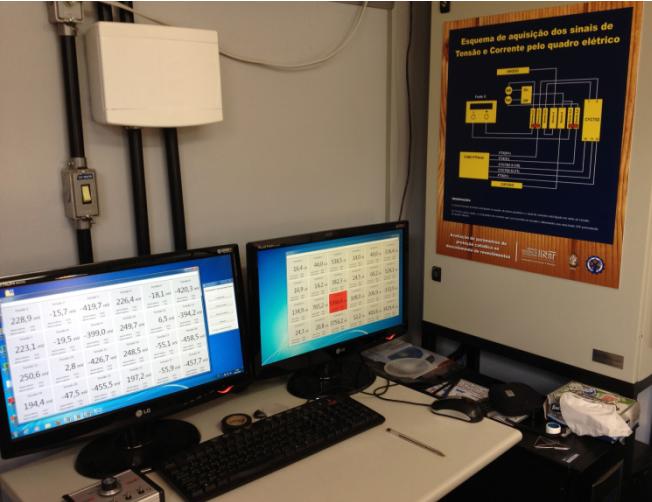


**eletrodo de
referência de
 $Zn/ZnSO_4$**

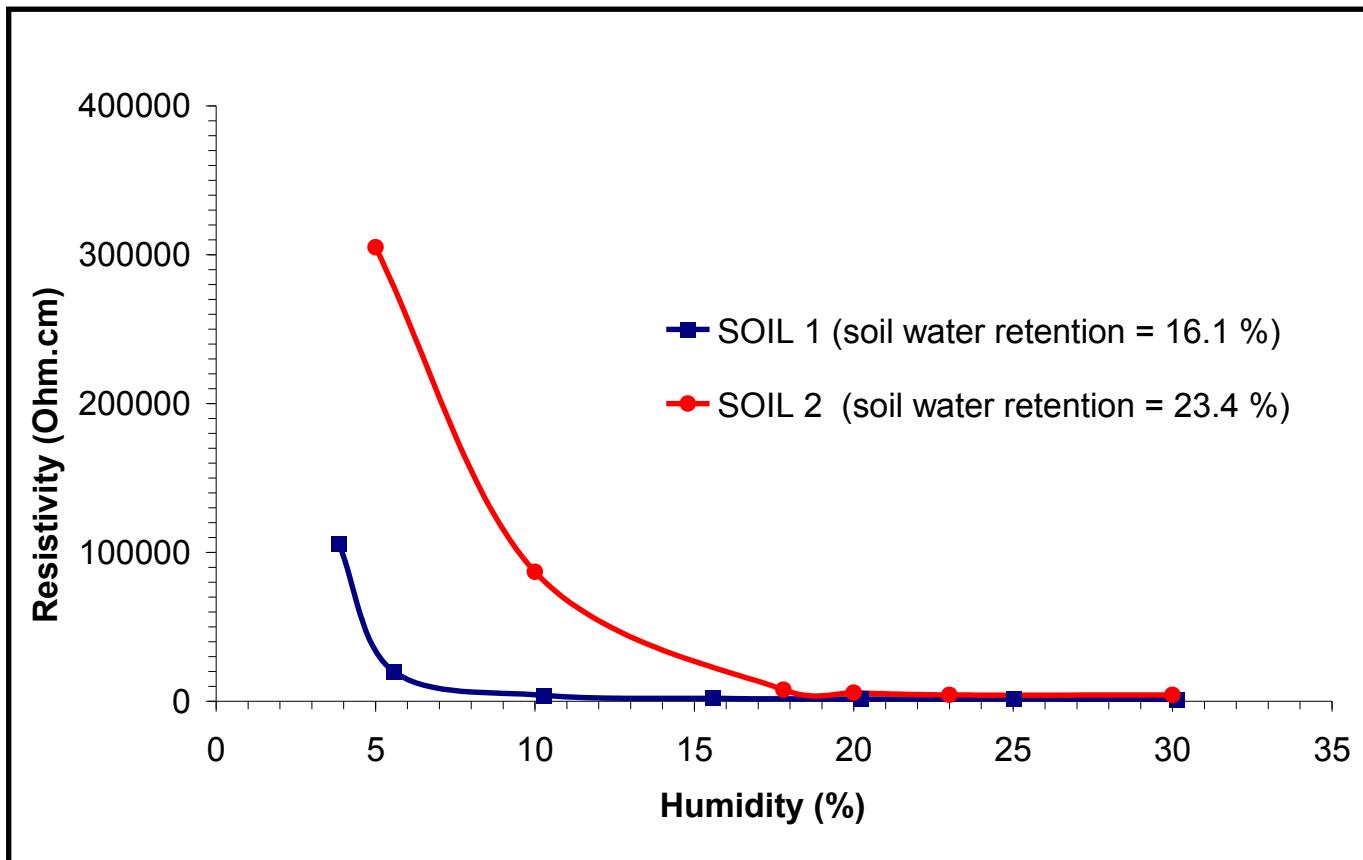


24 sistemas de PC independentes de corrente impressa

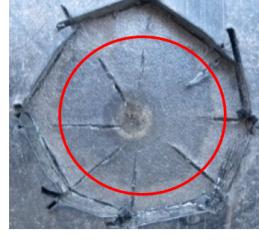
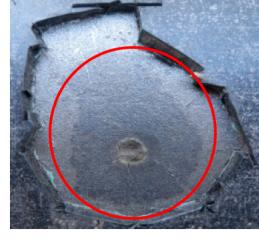
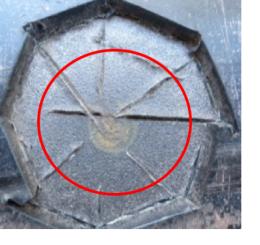
Sistemas de Proteção Catódica



Umidade



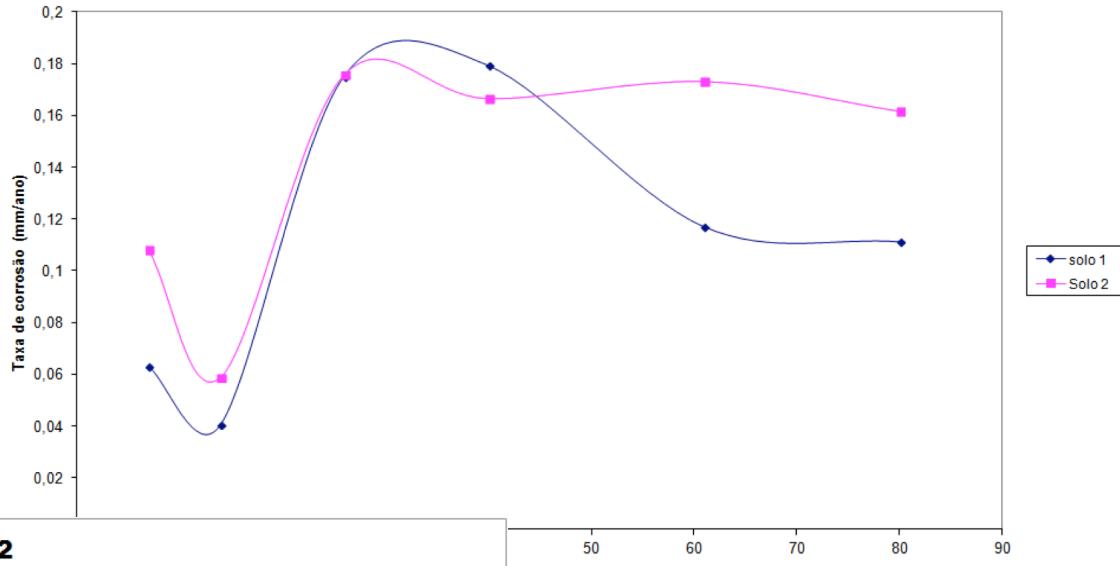
Descolamento catódico do revestimento PE3L

| | | 0° | 90° | 180° | 270° |
|---|-----------------|--|---|--|--|
| | | Depois do corte | Depois do corte | Depois do corte | Depois do corte |
| 0 | 360 |  |  |  |  |
| P | DC | 7,98 mm | 11,34 mm | 14,58 mm | 12,11 mm |
| H | Depois do corte |  |  |  |  |
| P | DC | 0 mm | 0 mm | 0 mm | 0 mm |
| 6 | Depois do corte |  |  |  |  |
| P | DC | 10,89 mm | 13,31 mm | 15,50 mm | 14,62 mm |
| OBS: 1- DC descolamento catódico; 2- PA perda de adesão; 3- NA não aplicável; 4 – O área de descolamento catódico | | | | | |

Influência da corrosividade dos solos na taxa de corrosão do aço



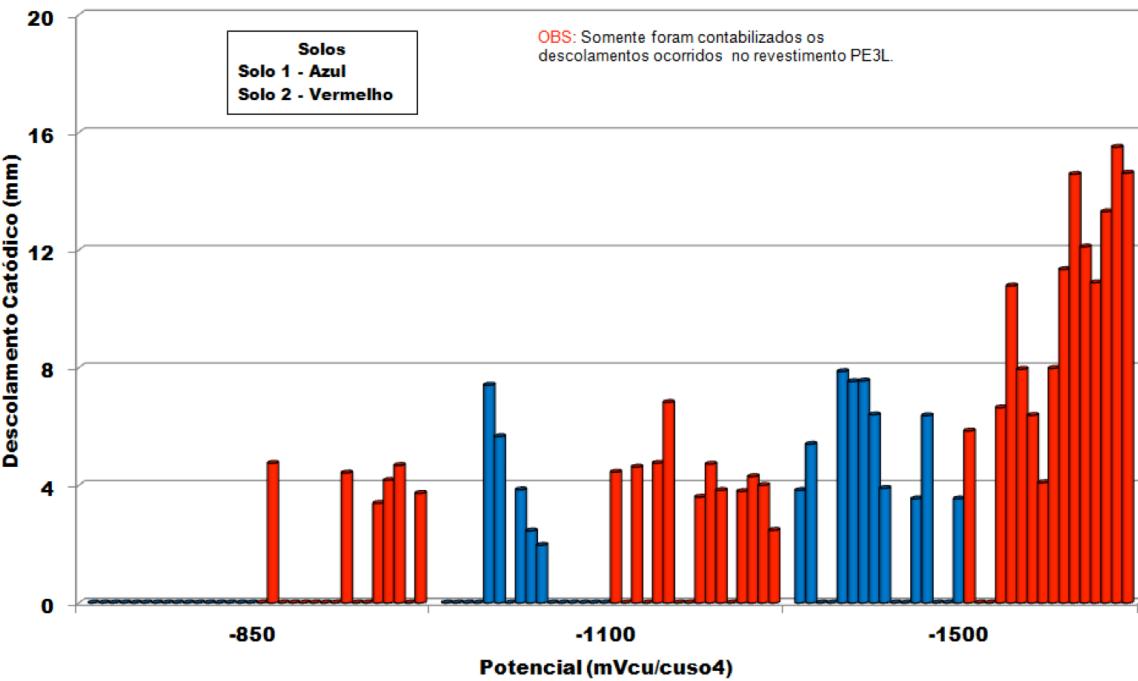
Taxa de corrosão de aço carbono 1020 totalmente enterrado nos solos 1 e 2



PE3L - Solos 1 e 2

Solos
Solo 1 - Azul
Solo 2 - Vermelho

OBS: Somente foram contabilizados os descolamentos ocorridos no revestimento PE3L.

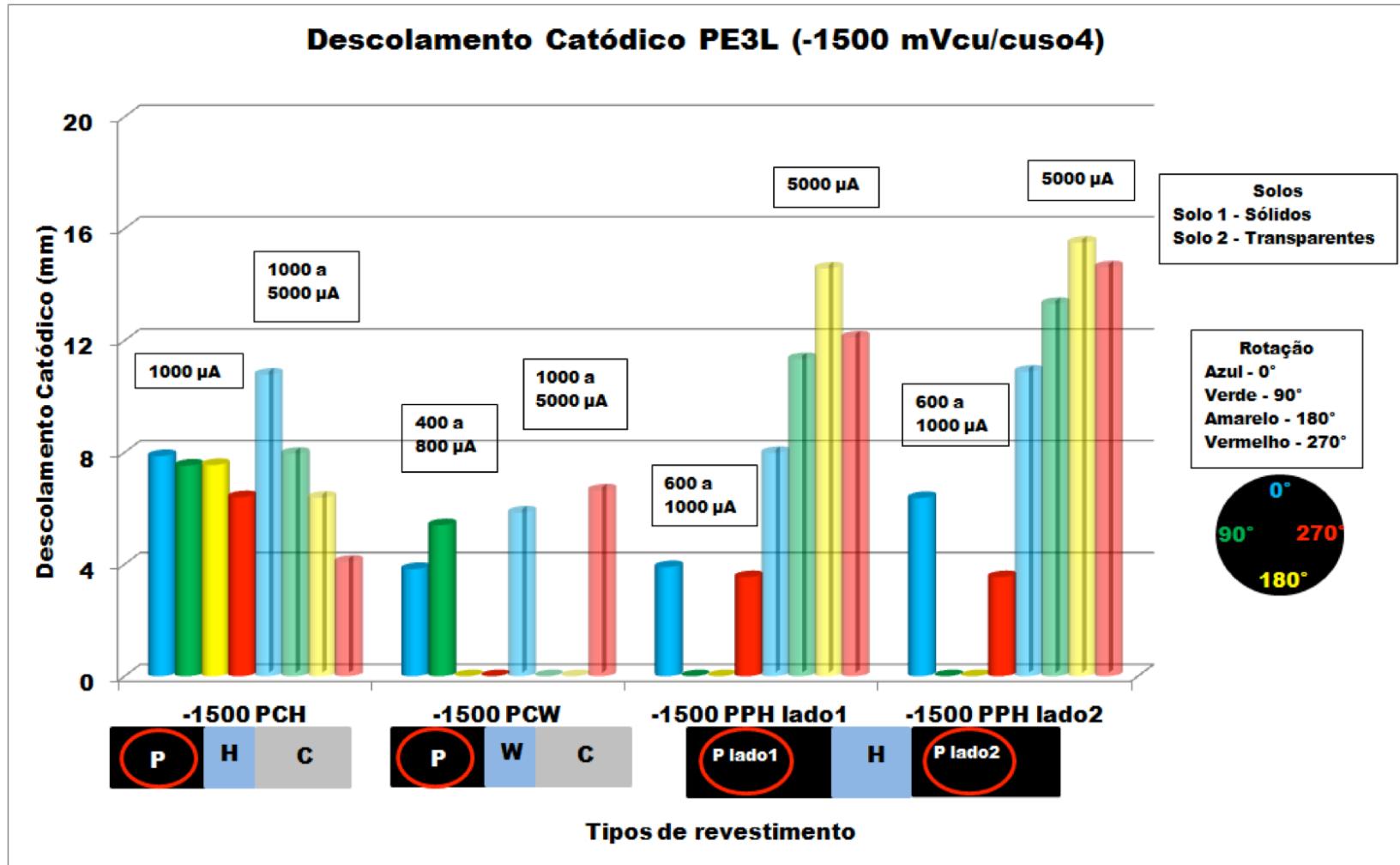


Influência da corrosividade dos solos no descolamento dos revestimentos



Polietileno vs Polietileno

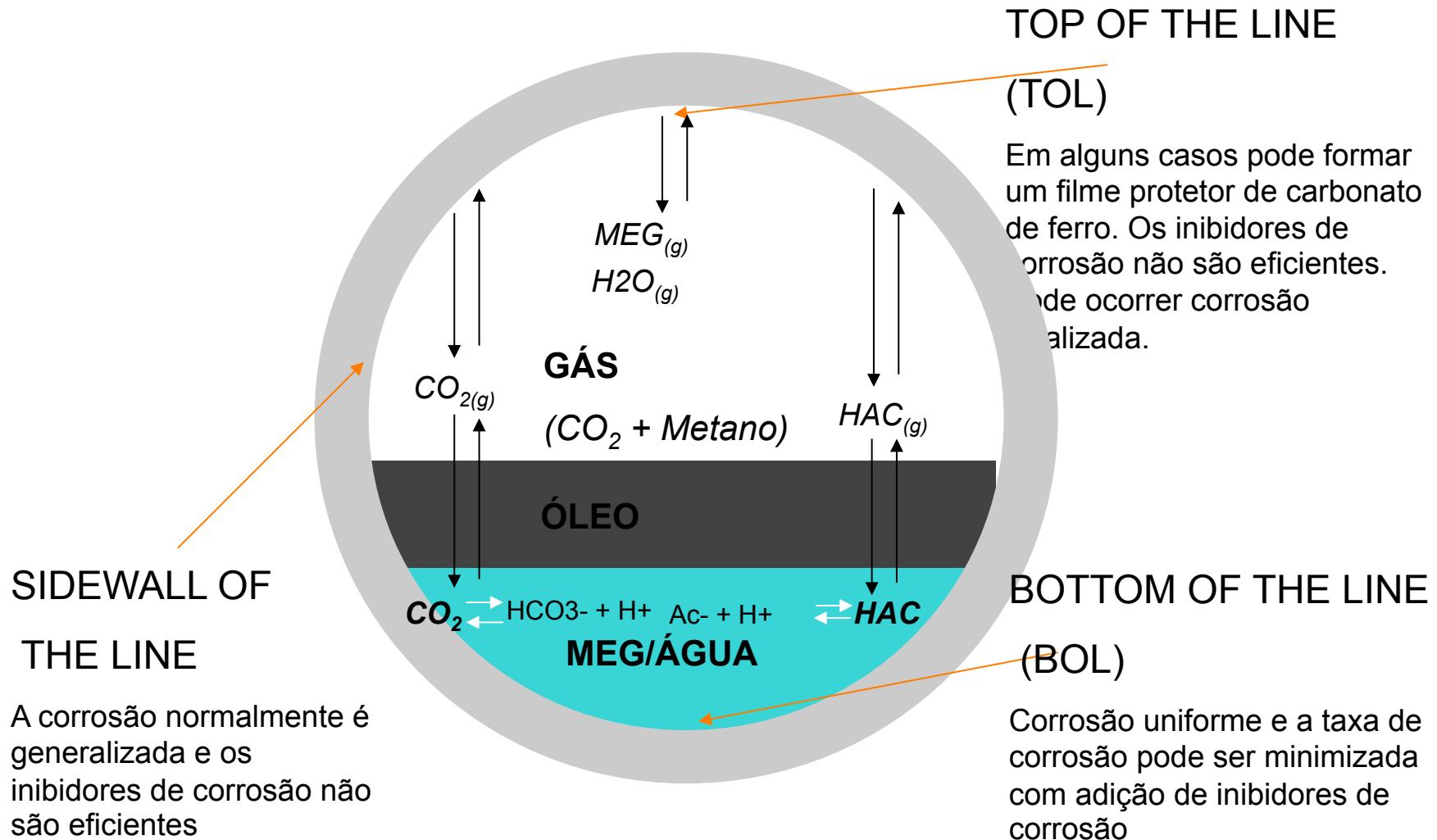
Polietileno vs Coaltar



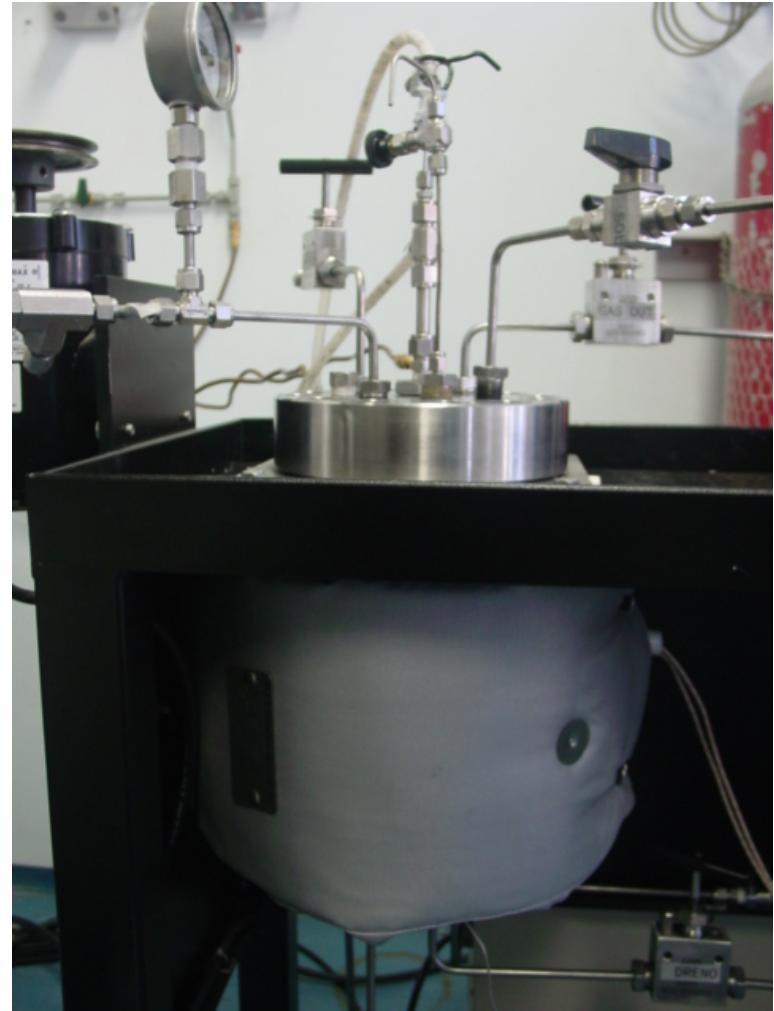
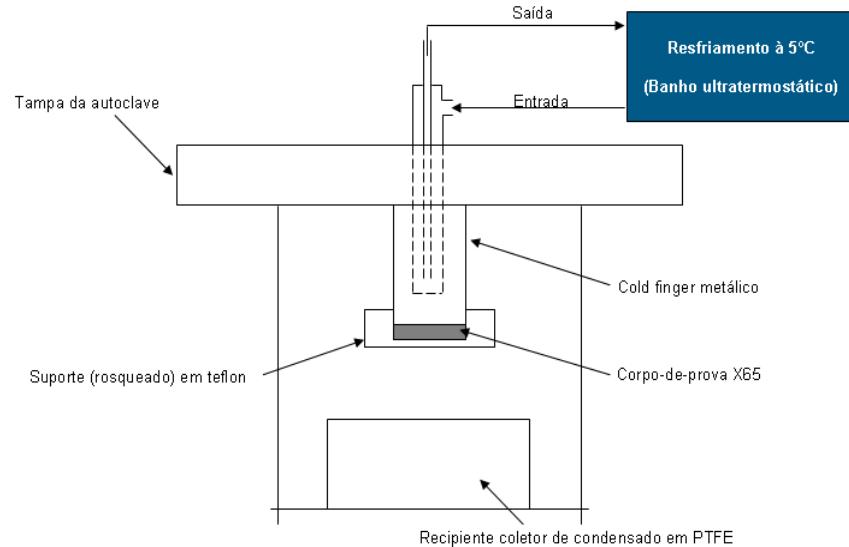
Efeito dos Ácidos Orgânicos e do Etanol na Corrosão pelo CO₂

Corrosão interna

Representação esquemática dos tipos de corrosão em gasodutos^{1,2,4}



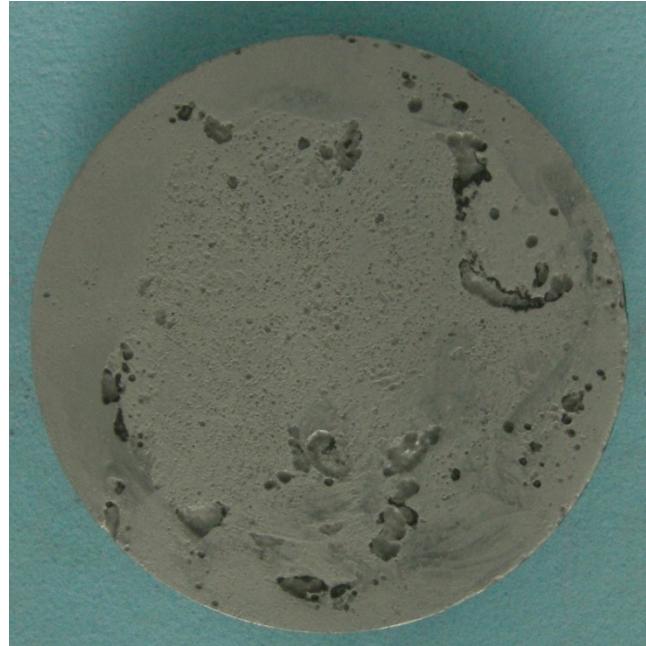
Estudos de corrosão de topo (TOL)



Aspecto do cp após o ensaio (TOL)



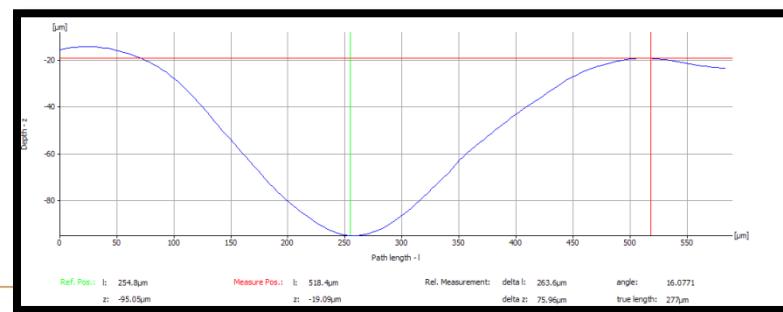
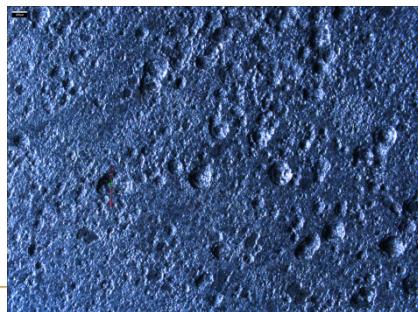
Antes da decapagem química –
Filme de carbonato de ferro



Macrografia

Aco X65
8 bar CO₂
1000 ppm
Ácido acético
0,1% NaCl

Micrografia



Avaliação de inibidores

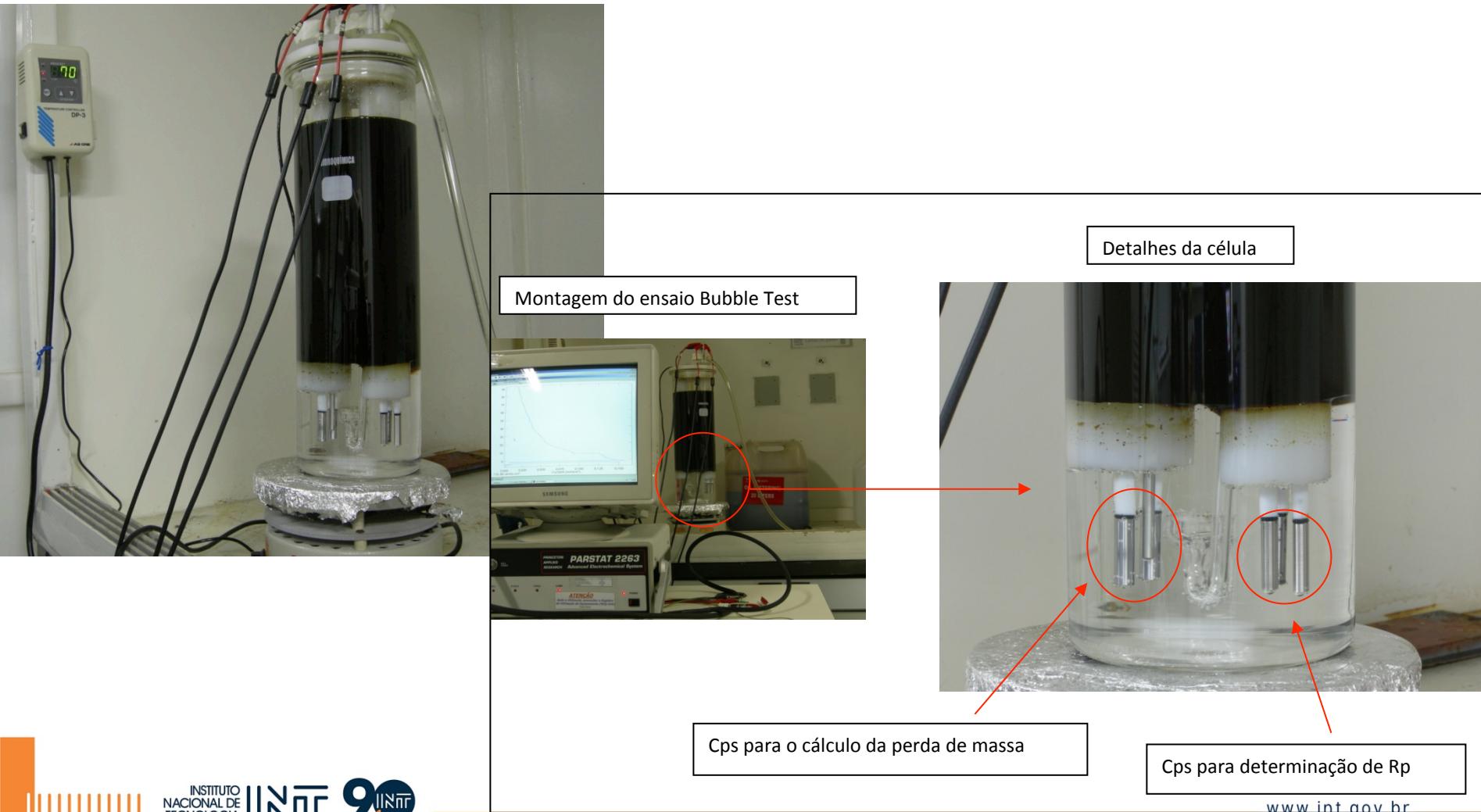
Caracterização físico-químico, eletroquímico e de perda de massa

| Ensaio | Critério de aceitação segundo referências da Petrobras |
|---------------------------|--|
| Bubble Test | 90% em relação ao mesmo ensaio (branco) sem inibidor |
| Solubilidade em n-pentano | Tolerância de pequena turvação na faixa de 1:5 a 1:10 |
| Solubilidade em etanol | Tolerância de pequena turvação na faixa de 1:5 a 1:10 |
| Gunk | Retenção de até 1% em peso do inibidor no papel de filtro |
| Espuma em TEG | Altura máxima de espuma de e tempo de quebra de 2 minutos |
| Espuma em MEA | Altura máxima de espuma de e tempo de quebra de 2 minutos |
| Emulsão | 90% de quebra de emulsão dentro de 5 minutos nas fases água e óleo |



Procedimento : Bubble Test

técnica eletroquímica de resistência de polarização e perda de massa



Critérios de avaliação

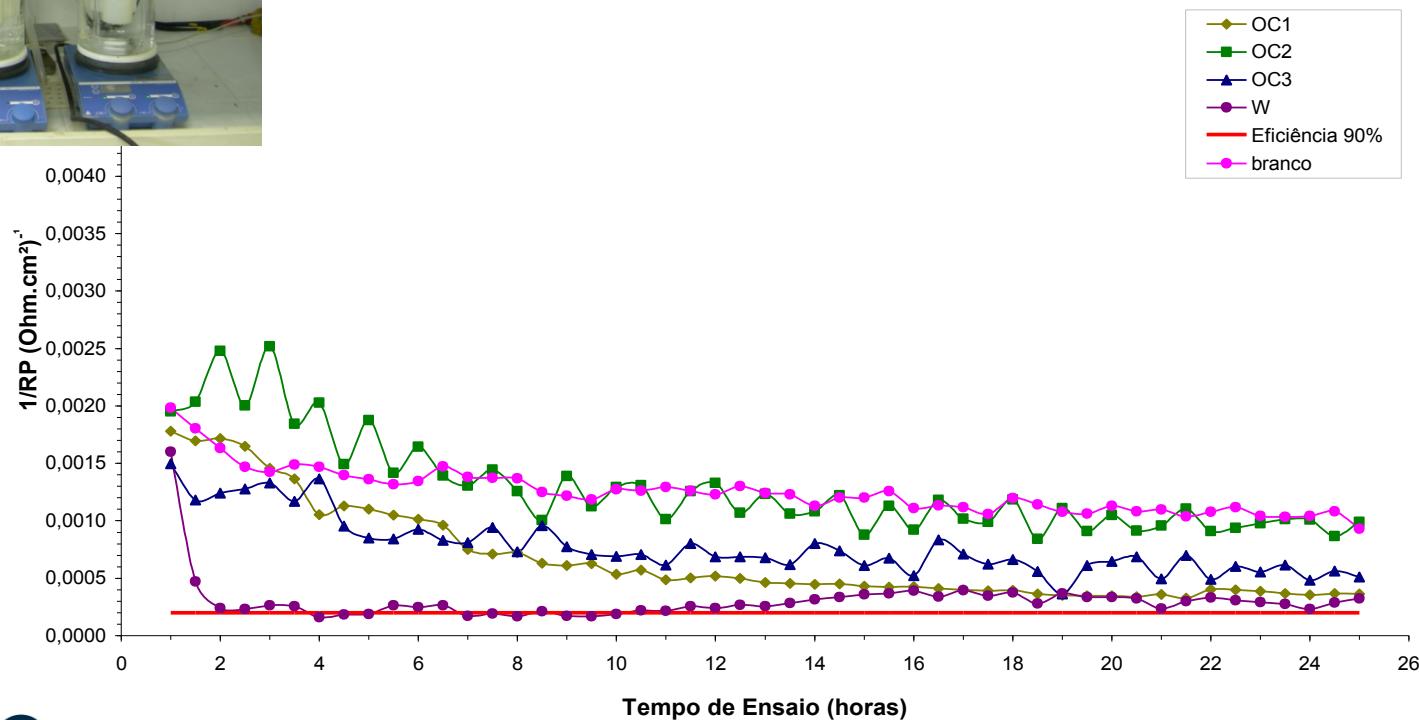
O seguinte critério é adotado para o setor de óleo e gás:

- O inibidor deve ter eficiencia superior a 90%
- Após 60 min do instante da adição, a taxa de corrosão do aço deve:
 - Ser 90% do que o valor antes da adição do inibidor (medida indireta da formação do filme)
 - Permanecer $\approx 90\%$ por todo o período de ensaio (medida indireta da persistência do filme)
- Se os critérios estabelecidos não forem atendidos, o ensaio deve ser repetido usando uma concentração maior de inibidor

Avaliação de Inibidores com Rp (LPR)



EFICIÊNCIA DOS INIBIDORES
SALMOURA 1 - SEM INIBIDOR DE INCRUSTAÇÃO



Avaliação da Corrosividade do Enxofre Elementar em Linhas de Produção e Transporte de Gás Natural

Formação de Enxofre Elementar

Gás seco (transporte) x Gás úmido (produção)

Entupimento

pó amarelo



Corrosão



sempre tem umidade!

Corrosão dos metais em meios contendo Enxofre Elementar

- **Diversos mecanismos de corrosão propostos**



Materiais e Métodos

- **Ensaios de Perda de Massa**
- **Ensaios com Enxofre Fundido**
- **Ensaios Eletroquímicos**

Parâmetros dos ensaios

Corpo-de-prova – Aço-Carbono 1020

Concentração de NaCl – 1000 ppm

Temperatura – 40°C

Concentração de Enxofre – 20 ppm

Tempo de desaeração (N_2) – ~ 160 min/litro de solução

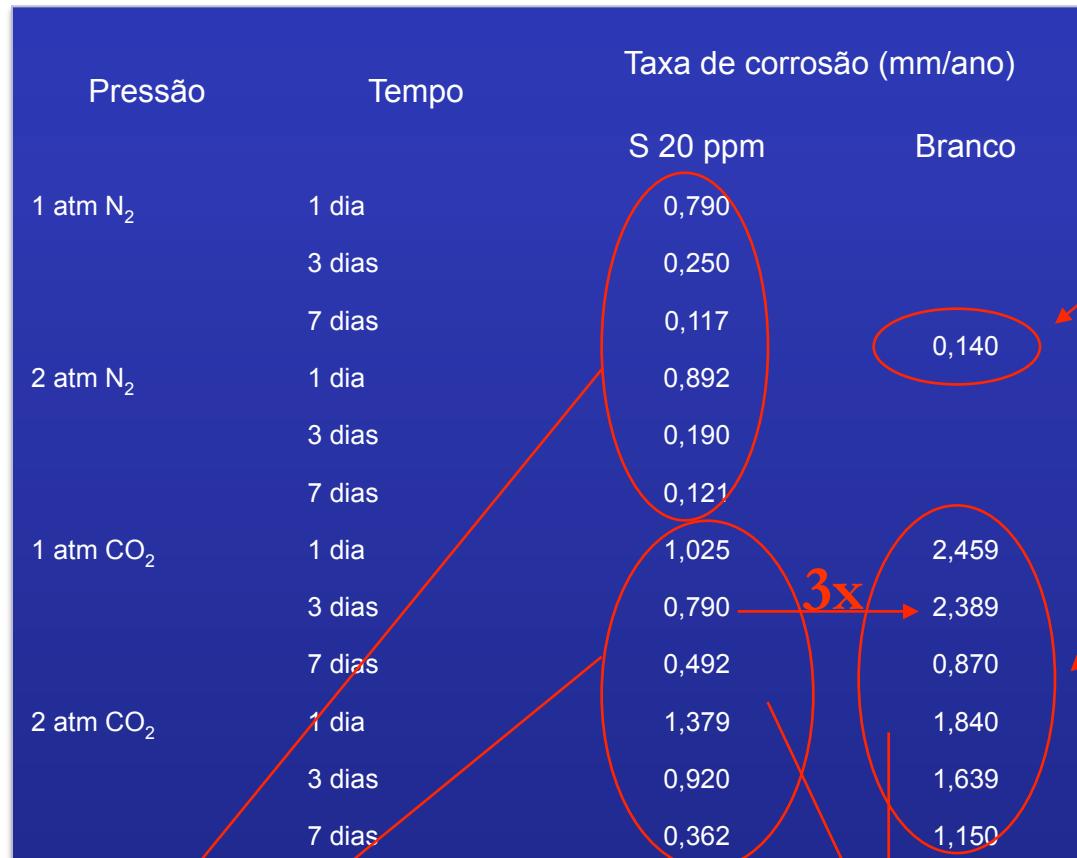
Pressão – 1 e 2 atm

Contaminante – CO_2

Agitação – 300 rpm

Campo

Perda de Massa – Taxas de Corrosão



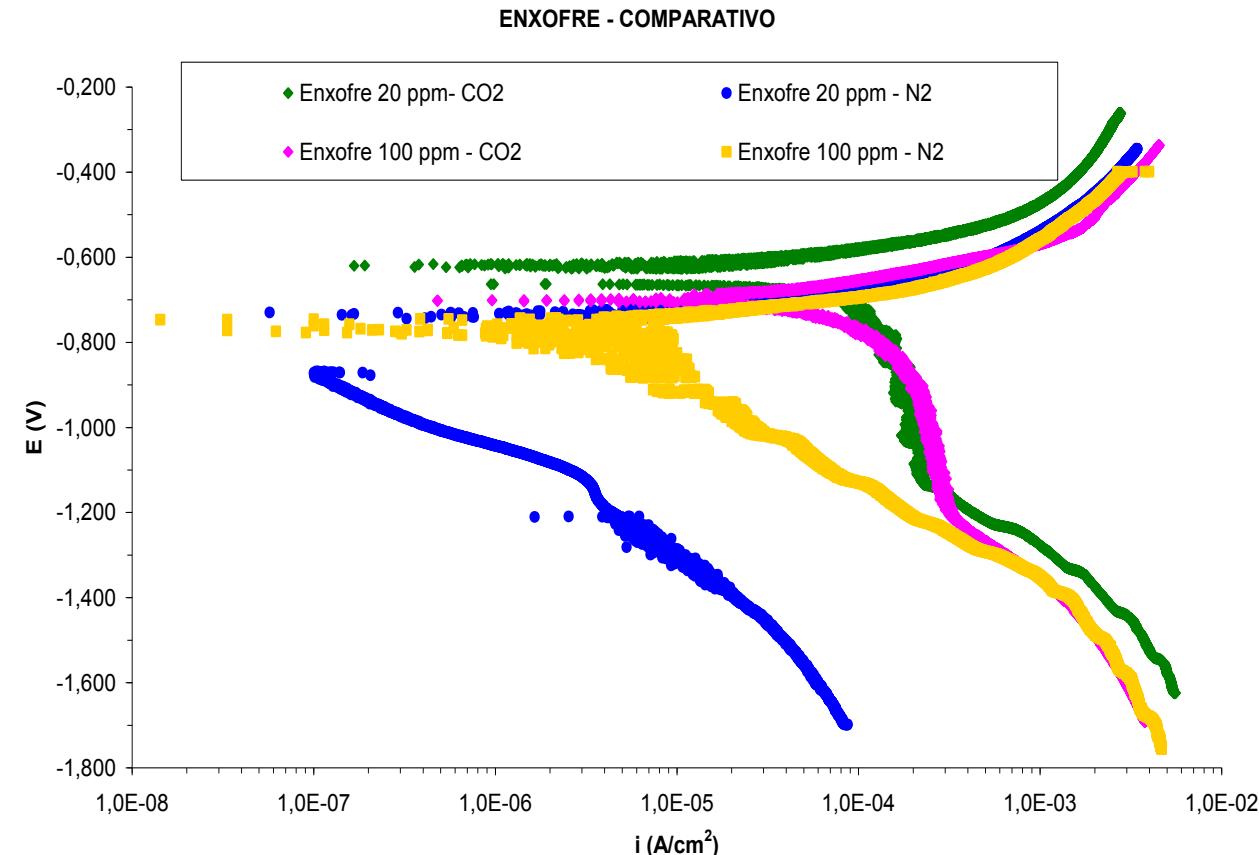
Ausência de O₂
Tc é independente
da P

Ensaios em presença
de CO₂ realizados em
todas as condições

Tc em presença de CO₂ é maior

Tc dos ensaios brancos são maiores

Resultados - Ensaios Eletroquímicos



* Dissolução ativa do aço-carbono, sem faixa de passivação
-com e sem S

* Curvas catódicas com perfil semelhante em presença de CO₂

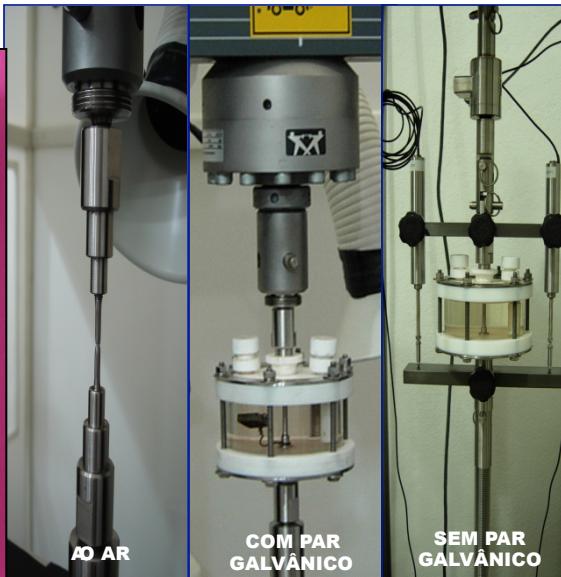
* Diferença nas correntes com o aumento da [S]

\uparrow [S] \uparrow reação \uparrow i

Reação do CO₂ é predominante!

Corrosão sob tensão – CST (SCC)

Tensão
constante a
baixa taxa de
deformação -
SSRT



Ensaio Nace ASTM 0177



Corrosão fadiga

8:174

CORROSION FATIGUE

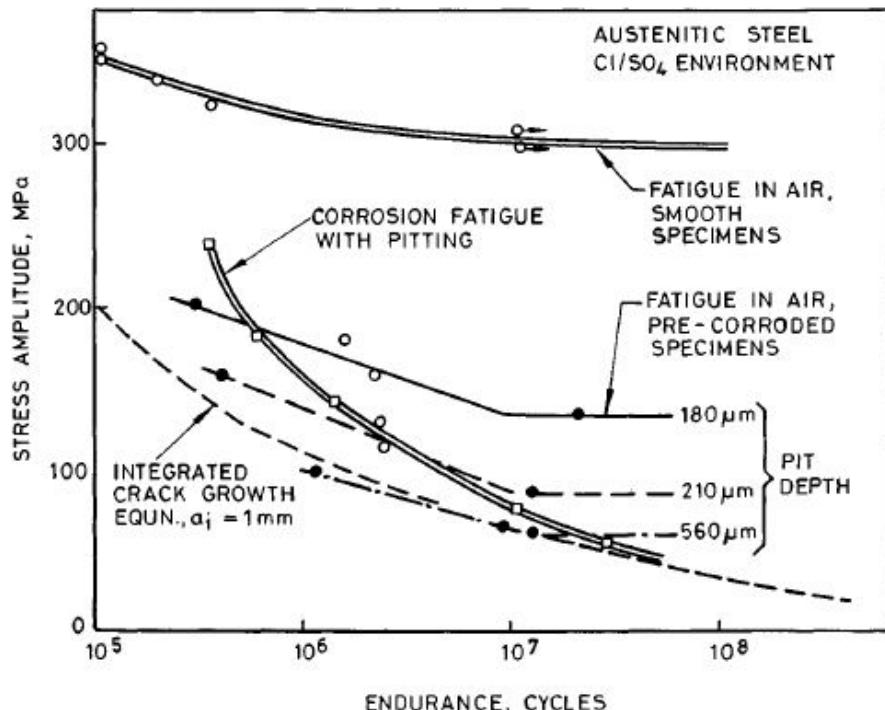
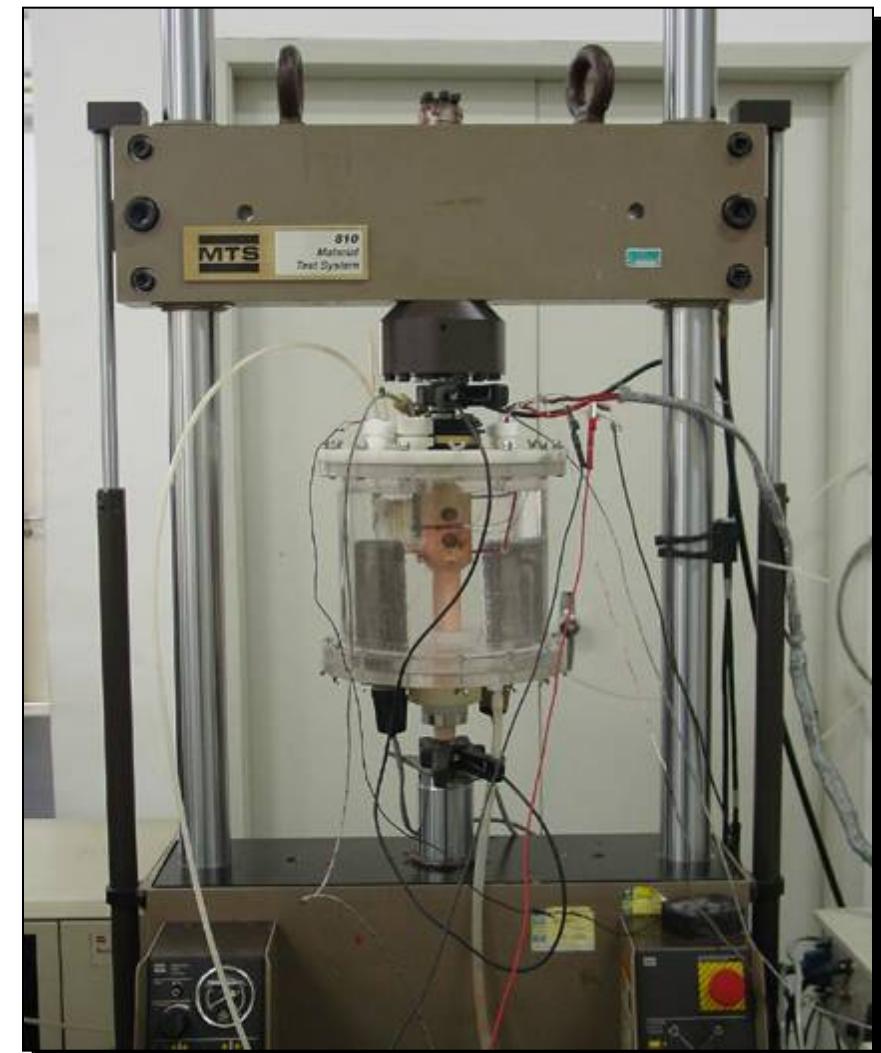


Fig. 8.73 Effect of pitting on the fatigue strength of austenitic steel (after Rust and Swaminathan⁴⁷)



ASM Metals Handbook, vol 12

