ALAN BARROS DE ALMEIDA

Detecção da transformação da austenita retida por deformação plástica em aços para gasodutos classe API 5L X80 através de medidas magnéticas

São Paulo

2014

ALAN BARROS DE ALMEIDA

Detecção da transformação da austenita retida por deformação plástica em aços para gasodutos classe API 5L X80 através de medidas magnéticas

Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências – Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

São Paulo

2014

ALAN BARROS DE ALMEIDA

Detecção da transformação da austenita retida por deformação plástica em aços para gasodutos classe API 5L X80 através de medidas magnéticas

Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Ciências – Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Área de concentração: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Fernando José Gomes Landgraf

São Paulo

2014

Este exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, de fevereiro de 2014.

Assinatura do autor _____

Assinatura do orientador _____

FICHA CATALOGRÁFICA

Almeida, Alan Barros de
Detecção da transformação da austenita retida por deformação plástica em aços para gasodutos classe API 5L X80 através de medidas magnéticas / A.B. de Almeida. -- versão corr. -- São Paulo, 2014.
125 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Aço ARBL API X80 2.Polarização magnética 3.Transformação martensítica induzida por deformação 4.Austenita retida 5.Densidade de massa 6.Difração de raios X I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

À minha família e amigos. Em especial

à Leila Nunes de Barros, à FEI e

à USP dedico esta realização.

AGRADECIMENTOS

À vida e a essas energias que transcendem muita coisa, inclusive as palavras.

À família incrível da qual faço parte e aos amigos sempre presentes.

Ao admirável Professor Fernando Landgraf por trocar seu tempo para nos proporcionar crescimento e experiência, obrigado pela confiança e entusiasmo durante nossa jornada, amigo.

À todos da USP que contribuíram indiretamente e diretamente nesses momentos incríveis que compartilhamos, que contaram com muito trabalho e aprendizado, são os bibliotecários Clélia Lourdes Lara Meguerditchian e Gilberto Martins, da secretaria Vera, Cristina, Suellen, Patrícia e todos dos departamentos PMT e Mecânica. Pelo grande exemplo e pela constante alegria Edwan Anderson e Juliana, Juan Marcelo Arango, Mario Ramirez, Arthur Nishikawa, Paulo Ogata, Luis Varella, Dany Michell, Daniel Luiz Rodrigues Júnior, Adriano Alex, João Filipini, Edgar Huallpa, Luis Armando, Ricardo, Wilmar, Dubernei, aos técnicos Rafael Maia, Danilo e Rubens Beserra, a todos professores maravilhosos, em especial ao Hélio Goldenstein, André Tschiptschin, Sérgio Brandi, César Azevedo, Hélio Wiebeck, Samuel Toffoli, à excelência do Professor Rodrigo Magnabosco e da FEI, ao IPT e aos seus colaboradores importantes e sensacionais como Bruno Antunes e Israel, Ramon Walls, também ao Sérgio Romero e ao Departamento de Física da USP e a Capes, pelo financiamento ao estudo, o meu sincero MUITO OBRIGADO, sem vocês nada disso seria possível.

RESUMO

O presente trabalho avaliou o efeito de tratamentos térmicos ou diferentes graus de deformação plástica na transformação da austenita do microconstituinte AM de uma chapa de aço *alta resistência baixa liga* (ARBL) classe API 5L X80 usada para gasodutos. A chapa tem espessura de 19 mm e passaria pelo processo de conformação UOE, mas a deformação foi realizada por laminação a frio, a temperatura ambiente, com reduções de 5 a 20%. O propósito foi compreender melhor o microconstituinte AM, explorar a *transformação martensítica induzida por deformação* (SIMT) e a decomposição austenítica por tratamento térmico, com ênfase em seu comportamento magnético. A transformação da austenita foi acompanhada através de medidas de polarização magnética, comparada com a densidade de massa e difração de raios X. A deformação plástica e os tratamentos térmicos alteraram a polarização magnética de saturação e a densidade de massa da amostra de aço de forma compatível com a eliminação da austenita retida metaestável. O método de densidade hidrostática foi considerado sensível para mensurar transformações de fase. Os dados obtidos revelam expansão volumétrica de aproximadamente 0,13%, correspondendo a 3,2% a quantidade de austenita retida original do material, enquanto os valores obtidos por polarização magnética de saturação são 2,8% pelo histeresígrafo e 2,1% por MAV. A difração de raios X nas amostras sob deformação ou tratamentos térmicos resultaram em queda nos primeiros picos da austenita quando comparadas com a amostra como recebida.

PALAVRAS – CHAVE: Aço ARBL API X80. Polarização magnética. Transformação martensítica induzida por deformação. Austenita retida. Densidade de massa. Difração de raios X.

ABSTRACT

Almeida, A. B. Detecting austenite transformation by plastic deformation in grade API 5L X80 pipeline steel by magnetic properties. 2.013, 125 p. Dissertation (Mestrado Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2.013.

This study evaluated the effect of different degrees of plastic deformation or heat treatment on the transformation of austenite into martensite of an HSLA steel plate API 5L X80 for pipelines. A 19 mm thickness plate would be submitted to UOE forming process, but the cold work instead occurred by cold rolling at room temperature, with reductions of 5 up to 20%. The purpose was to better understand the MA constituent, explore the strain-induced martensitic transformation (SIMT) and austenitic decomposition by heat treatment with emphasis on its magnetic behavior. The transformation was accompanied by saturation magnetization measurements, compared with the mass density and X-ray diffraction. The plastic deformation or the heat treatment altered the saturation magnetization and the mass density in a manner consistent with the elimination of metastable retained austenite. The density method is sensible to measure phase transformations induced by strain. The data obtained shows a volumetric expansion of about 0.13%, corresponding to an amount of retained austenite of the original material of 3.2%, while the values obtained by magnetization saturation are 2.8% by hysteresigraph and 2.1% by VSM. By X-ray diffraction there is a clear drop in first peaks of austenite of the samples under deformation or heat treatment compared with the sample as-received.

KEYWORDS: HSLA steels API X80. Saturation Magnetization. Strain-induced martensitic transformation. Retained austenite. Mass Density. X ray diffraction.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Em (a) a evolução dos tubos para gasodutos (adaptado de BAI)[14] e em (b) alongamento até a fratura em função do limite de resistência para várias classes de aço.[15] 27

Figura 2: Processo UOE na íntegra.[27] 33

Figura 3: Detalhes que dão nome ao processo.[24] Em (a) prensa "U" com chapa já conformada, em (b) e (c) prensa "O". Em (d), Expansão em andamento. 34

Figura 4: Classificação morfológica de Dubé e Aaronson.[30] Em (a) alotriomorfos de contorno de grão, em (b) agulhas ou placas (1 – nucleação primária e 2 – secundária), em (c) dentes de serra, em (d) idiomorfos (1 – intragranular e 2 – contorno de grão), (e) partículas alongadas intragranulares e (f) estrutura maciça. .35

Figura 5: Em (a) suposição de máximo teor de C na austenita retida em função da sua quantidade.[36] Em (b) quantidade de γ_r em função do teor de C medida por difração de raios X.[37] 38

Figura 6: Em (a) a energia livre para transformação martensítica (a partir da austenita com ou sem deformação) em função da temperatura e em (b) esta transformação interagindo com tensão em função da temperatura.[52].....42

Figura 7 : Parâmetros de rede da austenita e da martensita variando conforme o teor de carbono.[67] 46

Figura 8: Transformação da $\gamma_r \rightarrow \alpha M$ em função da deformação para aços com vários teores de C.[36] 47

Figura 9: Em (a)[80] mostra a diferença da indução de saturação em função do teor de C para ligas Fe-C recozidas e ligas temperadas de 850°C. Em (b)[62] mostra a temperatura de revenimento necessária para a decomposição da austenita retida durante 600 s.....50

Figura 10: À esquerda e no centro *Magnetômetro de amostra vibrante* (MAV) do Laboratório de Materiais Magnéticos no IF – USP e do IPT, respectivamente. À direita histeresígrafo do IPT, ambos os instrumentos são capazes de imergir a amostra em campos elevados a fim de saturá-la. 51

Figura 11: Vista em corte do MAV.[82,83] Em (a) vista frontal e em (b) a perspectiva. .52

Figura 12: Ponto de menor interfência vibracional da amostra possível, dito sela. [82,83] 53

Figura 13: A chapa doada, de composição conforme a Tabela 5, com dimensões de 1500 x 500 x 19 mm. Na extremidade a tira extraída para os vários ensaios. A tira tem dimensões de 500 x 30 x 18,7 mm e o corte feito na direção de laminação.....57

Figura 14: Tiras laminadas e cortadas, medindo 100 mm aproximadamente cada. Partindo do plano da foto tem-se a amostra 0% (o controle), seguida da 5% deformada, 10% e assim sucessivamente. 58

Figura 15: Cada amostra teve um paralelepípedo extraído através de corte por disco abrasivo ("Cut off"). 59

Figura 16: À esquerda, cedida pelo IPT a Isomet 1000 em operação. À direita, cubo em primeiro plano e as agulhas prestes a serem cortadas por disco diamantado. No caso, é o controle, amostra 0%. Ao fundo tem-se a isomet 2000 do departamento PMT - USP. 59

Figura 17: Balança e kit de densidade hidrostática. 61

Figura 18: Difratômetro da FEI em funcionamento, buscando detectar as frações de austenita retida de cada amostra. 63

Figura 19: Amostra 0% deformada (o controle), em (a) superfície e em (b) centro...66

Figura 20: Amostra 5% deformada, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital.67

Figura 21: Amostra 10% deformada, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital. 68

Figura 22: Amostra 15% deformada, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital. 69

Figura 23: Amostra 20% deformada, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital. 70

Figura 24: Amostra 0% deformada, sua superfície atacada com reagente Klemm. ..71

Figura 25: Amostra 0% deformada observada em MEV – FEG exibindo o constituinte AM, em formato alongado ou bloco e branco, conforme as setas. 71

Figura 26: Amostra 0% deformada observada em MEV - FEG com ampliação do suposto constituinte AM, em formato alongado ou bloco e branco. 72

Figura 27: Perfil de dureza das amostras do X80 como recebida e laminadas ao longo da sua espessura. 73

Figura 28: Exemplo do que foi feito para cada agulha em cada condição e tirada a média de polarização de saturação (J_{se}). No caso, amostra 0d com os valores mais próximos da saturação, apresentando a linha de tendência e o coeficiente linear....77

Figura 29: Amostra 0% revenida 300℃/ 2 h, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital3%, branco ferrita, mais atacado (escuro) agregados eutetóides e martensita. 79

Figura 30: Amostra 0% subzero por 4 h, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital3%, branco ferrita, mais atacado (escuro) agregados eutetóides e martensita (1000x). 81

Figura 31: Amostra 15% subzero por 4 h, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital3%, branco ferrita, mais atacado (escuro) agregados eutetóides e martensita (1000x). 82

Figura 32: Espectro total bruto da difração de raios X para as amostras 0 a 20%....84

Figura 33: Espectro total tratado kα1 da difração de raios X para as amostras 0, 5, 10, 15 e 20% deformadas. 85

Figura 34: Espectro total tratado kα1 da difração de raios X para as amostras do aço X80 como recebida (0%) e tratadas termicamente. 86

Figura 35: Difrações de raios X superpostas. Evolução dos primeiros picos difratados conforme deformação ou tratamento térmico, em comparação com a amostra como recebida. 87

Figura 36: Parâmetro de rede da ferrita calculado, no caso para amostra 0%, através do coeficiente linear do parâmetro de rede obtido por difração, em função do co-seno ao quadrado de θ. 90

Figura 37: Densidade e polarização magnética de saturação (extrapolação de Chikazumi com dados do IFUSP) em função da deformação. 92

Figura 38: Comparação dos resultados de polarização magnética obtido pelo histeresígrafo com o método do $J_{máx}$ - IFUSP. 97

Figura 39: Comparação dos resultados de polarização magnética de saturação obtido pelo MAV do IPT com o MAV do IFUSP. 99

Figura 40: Comparação dos resultados de polarização magnética de saturação obtido pelo método do Chikazumi com o método do $J_{máx}$ - IFUSP. 100

Figura 41: Cálculo do coeficiente de encruamento do aço X80 através do logaritmo da deformação (ε_v) pelo logaritmo da tensão de resistência (σ_v). 104

Figura 42: Curva tensão - deformação[26] para o aço X80 estudado. 104

Figura 43: Coeficiente de encruamento obtido através da curva tensão – deformação do aço X80.[26] 105

Figura 44: Reta média da expansão volumétrica para aços em função do teor de C através do parâmetro de rede após transformação $\gamma \rightarrow \alpha M$. 106

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Comparativo dos LE , LR e alongamento dos vários graus de gasodutos utilizados, previstos pela norma API.[7] As referências 8 a 10 estão na coluna do alongamento. 25

Tabela 2: Limites na composição química recomendados pela EWI Microalloying.[23] 31

Tabela 3: Simbologia adotada para classificação da microestrutura[28] em acordo com a ISIJ. 36

Tabela 4: Composição química e temperatura intercrítica dos aços DP assistidos por TRIP estudados da Figura 9b.[62] 50

Tabela 5: Composição química e outros parâmetros[6] do aço classe API 5L X80 produzido pela USIMINAS. Elementos e abaixo sua quantidade em *porcentagem peso*. À direita, CE = quantidade de carbono equivalente, TG, LE e LR. 56

Tabela 6: Amostras como recebida (0%) e deformadas, ao lado a espessura após a laminação. 57

Tabela 7: Forma, dimensões e métodos utilizados para medir a polarização, difração e densidade das amostras de aço X80. 58

Tabela 8: Dureza média de todas as amostras, de superfície a superfície, resumidas. 73

Tabela 9: Densidade das amostras como recebida e deformadas do X80. 74

Tabela 10: Amostras ensaiadas em histeresígrafo realizada no IPT. O número indica o grau de redução de área. 74

Tabela 11: Amostras e suas polarizações magnéticas de saturação. À direita, a média da polarização magnética e o desvio para as amostras de 0 a 20% deformadas. Medidas realizadas no MAV do IPT. 75

Tabela 12: Polarização magnética a 18 kOe para as agulhas medidas no IF – USP. 76

Tabela 13: Extrapolações das polarizações magnéticas baseadas na Eq. 2 de Chikazumi. J_{se} é resultado do coeficiente linear desta equação. 77

Tabela 14: Comparação da polarização magnética de saturação das amostras do X80 no estado como recebido por dois autores e por dois MAV´s, IFUSP e IPT, respectivamente. 78

Tabela 15: Polarização magnética a 18 kOe das amostras revenidas. Medidas determinadas pelos MAV´s do IFUSP e IPT, seguidas pelo histeresígrafo. 80

Tabela 16: Polarização magnética do X80 após tratamento a -196°C / 4 h nas condições como recebido (0%) e 15% deformado. 83

Tabela 17: Parâmetros de rede da ferrita e da austenita calculados através dos resultados obtidos da difração de raios X. 88

Tabela 18: Para o cálculo do coeficiente de encruamento do aço X80 foi necessário conhecer a deformação e dureza (HV e HB são as durezas Vickers e Brinell, respectivamente).....103

Tabela 19: Tabela obtida através da curva tensão – deformação[26] do aço X80.....105

Tabela 20: Comparação da quantidade de γ_r através dos resultados de densidade hidrostática e polarização magnética de saturação.....108

LISTA DE SÍMBOLOS

Å	Angstron	(10^{-10} m)
A	Massa atômica	(u.m.a)
A_1	Temperatura de transformação eutetóide	(°C)
a	Parâmetro de rede do reticulado cristalino	(m)
AM	Constituinte austenita/ martensita	
API	American Petroleum Institute	
ARBL	Alta Resistência Baixa Liga	
B	Indução magnética	(T)
B	Bainita	
CCC	Cúbico de Corpo Centrado	
CFC	Cúbico de Faces Centradas	
DRX	Difração de raios X	
d_{hkl}	Distância interplanar nos planos *h*, *k* e *l*	(m)
E	Módulo de elasticidade	(Pa)
FEG	Field Emission Gun	
G	Gauss	
H	Campo magnético	(A/m)
HB	Dureza Brinell	
HC	Hexagonal Compacto	
HSLA	High Strength Low Alloy	

HV	Dureza Vickers	
IPT	Instituto de Pesquisas Tecnológicas	
J	Polarização magnética	(T)
Js	Polarização magnética de saturação	(T)
K	Coeficiente de resistência à deformação	(Pa)
LE	Limite de escoamento	(Pa)
LR	Limite de resistência à tração	(Pa)
M	Magnetização	(A/m)
m´	Momento magnético	($A.m^2$)
MAV	Magnetômetro de Amostra Vibrante	
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura	
m_s	Massa seca	(g)
m_i	Massa imersa	(g)
M_f	Temperatura de fim da transformação martensítica	(°C)
M_s	Temperatura de início da transformação martensítica	(°C)
Nb (CN)	Precipitado de carbonitreto de nióbio	
n	Coeficiente de encruamento	
n_{mol}	Número de mol	
N	Expoente de encruamento	
N_A	Número de Avogadro	
P	Perlita	

P´	Perlita degenerada	
SIMT	Transformação martensítica induzida por deformação	
T	Tesla	(T)
t	Tempo	(s)
TCC	Tetragonal de Corpo Centrado	
TG	Tamanho de grão	(m)
T_H	Temperatura de revenimento	(°C)
TMCR	Laminação termo-mecânica controlada	
T_{nr}	Temperatura de não recristalização	(°C)
TRIP	Plasticidade induzida por deformação	
UOE	Processo mecânico de conformação	
V	Volume	(m^3)
V_{bob}	Tensão induzida na bobina	(V)
X_{molar}	Fração molar	
X_v	Fração volumétrica	
ZAC	Zona Afetada pelo Calor	
α	Ferrita	
αB	Ferrita Bainítica granular	
$\alpha°B$	Ferrita Bainítica ou acicular	
α_p	Ferrita poligonal	
α_q	Ferrita quase poligonal	

α_w	Ferrita Widmanstätten	
αM	Martensita	
γ	Austenita	
γ_r	Austenita retida	
ε	Deformação	
μ_B	Magnéton de Bohr	
μ_0	Permeabilidade magnética no ar	
ρ	Densidade	(g/cm^3)
σ'	Magnetização em massa	
σ	Tensão	(Pa)

LISTA DE EQUAÇÕES

(Eq. 1) ... $B = \mu_o \cdot H + J$ 48

(Eq. 2) ... $J = J_s \cdot (1 - a/H - b/H^2 - ...)$ 49

(Eq. 3) ... $\%\gamma_r = 100 \cdot (1 - J_s/J_{s\,máx})$ 50

(Eq. 4) ... $\rho_{amostra} = [m_s / (m_s - m_{im})] \cdot \rho_{H2O}$ 55

(Eq. 5) ... $a = d_{hkl} \cdot (h^2 + k^2 + l^2)^{0,5}$ 87

(Eq. 6) ... $J_s^{\alpha} / \mu_0 = (\Sigma X_{molar}^{i} \cdot m'^{i}) / V_c^{i}$ 93

(Eq. 7) ... $J_{Sest} = X_v^{\alpha} \cdot J_s^{\alpha} + X_v^{Fe_3C} \cdot J_s^{Fe_3C}$ 93

(Eq. 8) ... $\sigma_v = \sigma \cdot (1 + \varepsilon)$ 103

(Eq. 9) ... $\varepsilon_v = \ln (1 + \varepsilon)$ 103

(Eq. 10) ... $\sigma = 3,45 \cdot HB$ 103

SUMÁRIO

RESUMO 7

ABSTRACT 8

LISTA DE FIGURAS 9

LISTA DE TABELAS 12

LISTA DE SÍMBOLOS 14

LISTA DE EQUAÇÕES 18

1. INTRODUÇÃO 20

1.1. OBJETIVO 23

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA 24

2.1. OS AÇOS PARA GASODUTOS 24

2.2. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS AÇOS PARA GASODUTOS 30

2.3. O PROCESSO DO AÇO EM ESTUDO 31

2.3.1. O processo de conformação UOE 32

2.4. MICROESTRUTURA DOS AÇOS PARA GASODUTOS 34

2.5. A TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO 43

2.6. DETECÇÃO DE AUSTENITA RETIDA POR POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA 48

2.7. DENSIDADE HIDROSTÁTICA 54

2.8. DIFRAÇÃO DE RAIOS X 55

3. MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS 56

3.1. MATERIAL 56

3.2. CONDIÇÕES E ANÁLISES FEITAS 57

3.2.1. Deformação de laminação 57

3.2.2. Extração das amostras 58

3.2.3. Dureza 60

3.2.4. Densidade hidrostática.....60

3.2.5. Polarização magnética.....61

3.2.6. Difração de raios X.....63

3.2.7. Tratamentos térmicos.....64

4. RESULTADOS.....65

4.1. DUREZA, MICROSCOPIA ÓPTICA E ELETRÔNICA DAS AMOSTRAS COMO RECEBIDA E DEFORMADAS.....65

4.2. DENSIDADE HIDROSTÁTICA DAS AMOSTRAS COMO RECEBIDA E DEFORMADAS 74

4.3. POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA DAS AMOSTRAS COMO RECEBIDA E DEFORMADAS.....74

4.3.1. Resultados obtidos com histreresígrafo (IPT).....74

4.3.2. Resultados obtidos com o MAV do IPT.....75

4.3.3. Resultados obtidos com o MAV do IFUSP.....76

4.3.4. Aplicando o método Chikazumi nos resultados obtidos com MAV (IFUSP).....76

4.4. AMOSTRAS TRATADAS TERMICAMENTE 78

4.4.1. Comparação nas condições como recebido.....78

4.4.2. Revenimento.....78

4.4.3. Sub-zero.....80

4.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS X.....83

5. DISCUSSÃO 90

5.1. ANÁLISE MICROESTRUTURAL.....90

5.2. POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA 91

5.2.1. Estimativa teórica do valor de polarização magnética de saturação a partir da composição química do aço.....92

5.2.2. Comparação dos resultados experimentais de polarização magnética de saturação obtidos pelo histeresígrafo do IPT e MAV – IFUSP 97

5.2.3. Comparação dos resultados experimentais de polarização magnética de saturação obtidos por dois dieferentes MAV´s 98

5.2.4. Determinação da polarização magnética de saturação pelo método de Chikazumi 100

5.2.5. Revenimento 101

5.2.6. Sub-zero 102

5.3. DEFORMAÇÃO E DUREZA 102

5.4. DENSIDADE DE MASSA 106

5.4.1. Comparação das medidas de austenita retida por densidade e por polarização magnética de saturação 108

5.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS X 108

6. CONCLUSÃO 109

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 111

8. ANEXOS 120

1. INTRODUÇÃO

A possibilidade de acompanhar a mudança de microestrutura, propriedades e a densidade dos produtos feitos de aço, que contenham austenita retida, através de medidas indiretas é o escopo deste trabalho, visto que nos aços modernos esta austenita tem sido encontrada constantemente e necessita-se saber tirar o melhor proveito disto.

A austenita é uma fase que tem peculiaridades que podem ser aproveitadas ou prevenidas dependendo da aplicação de engenharia, sua quantidade e estabilidade consistem em critério de qualidade para o produto final, portanto, quantificá-la é útil. Esta fase CFC possui maior densidade de massa e menor polarização magnética do que as estruturas *cúbicas de corpo centrado* (CCC), como ferrita, bainita e martensita (mesmo se esta for TCC). A austenita se decompõe em função da temperatura e do tempo, e por deformação quando metaestável. A sua decomposição em um aço para tubulação foi acompanhada por medidas de polarização magnética, densidade de massa e difração de raios X.

Para a atual indústria do aço, em especial para gasodutos, é imprescindível a seleção de materiais cuidadosa, pois desempenho insuficiente cria dano, indiscutivelmente. Também se justifica quantificar essa fase, pois há variações de propriedades conforme se varia o produto de sua decomposição.

Há alguns anos o Brasil ocupa a nona colocação como produtor mundial de aços brutos, com 33 milhões de toneladas (aproximadamente 3% da produção mundial e 50% da América Latina).[1] O Brasil também tem um número expressivo de jazidas de petróleo e gás natural de difícil extração.[2] Então a demanda esperada por produtos de aço com alta resistência e ductilidade no país é cada vez maior, grande como a expectativa das indústrias petroquímicas e siderúrgicas.

A indústria de petróleo e gás é naturalmente conservadora na seleção de materiais para gasodutos, pois as condições severas de aplicação destes, como corrosão devido à acidez dentro e fora do duto, temperatura de trabalho que influencia na transição dúctil-frágil, resistência mecânica à pressão de trabalho e à desastres, mas com tenacidade suficiente para os processos industriais, além de boa soldabilidade, custos e peso, por exemplo, obrigam a estudar profundamente os

materiais utilizados em tubulação, para equilibrar maiores eficiências com menores resíduos.

No caso de gasodutos tem sido cuidadosa a adoção de aços com maior *limite de escoamento* (LE), o que possibilita aumentar a pressão de trabalho e reduzir-lhes a espessura, diminuindo seu peso e quantidade de solda depositada, mas isso pode ocasionar efeitos colaterais de fragilização e menor resistência à corrosão, associados às zonas mais críticas da microestrutura, em particular as *zonas afetadas pelo calor* (ZAC) próxima aos cordões de solda. Além disso, devem ser consideradas eventuais mudanças microestruturais associadas à deformação durante o processo de fabricação, como o processo de curvamento dos mesmos ou de conformação UOE, conforme será visto no item 2.3.1 deste trabalho.

Várias alternativas de engenharia têm sido usadas para aumentar o LE dos aços para gasodutos, sempre contendo baixos teores de *carbono* (C) para não prejudicar o desempenho das regiões próximas à solda. Uma das mais usadas é a redução do *tamanho de grão* (TG) ferrítico, obtido por meio do aumento da velocidade de resfriamento a partir do campo austenítico ou bifásico, criando condições para ocorrência de *ferrita acicular* (α°B) e *bainita* (B), microestruturas que reduzem o TG ferrítico e possuem maior LE. Esta estratégia coloca desafios para as instalações industriais, que devem ser capazes de resfriar de forma relativamente rápida, no final da laminação a quente, placas com espessura da ordem de 20 mm.

A extração e distribuição de petróleo e gás natural realizam-se respectivamente através de tubulações normalizadas até a refinaria ou Unidade *de Processamento de Gás Natural* (UPGN) para diferenciação, com objetivos de obtenção dos derivados do petróleo e de alternativas energéticas. As tubulações são de aço e surgem das chapas produzidas na aciaria calandradas ou conformadas, nestas etapas introduz-se deformação plástica à temperatura ambiente, sendo assim possível ocorrer a transformação da *austenita* (γ) induzida por tensão (conforme item 2.5).

Até 2010 foi muito pequeno o uso comercial de aços do tipo API X80 nos gasodutos brasileiros. Uma das razões foi a falta de equipamento de controle de velocidade de resfriamento nas siderúrgicas brasileiras, já que estes aços requerem maior sofisticação na instrumentação e maquinários mais potentes. Estes obstáculos

já estão sendo superados com a introdução de novo equipamento na Usiminas, que em parceria com a TenarisConfab, que também está em constante capacitação, desenvolvem há 10 anos tubos API 5L X80 e que agora, por exemplo, serão utilizados em 8,5 km no projeto “onshore” Mexilhão, da unidade de tratamento de gás de Caraguatatuba, da Petrobras.

Anos atrás, na ausência deste equipamento a Usiminas realizou experimentos para obtenção deste material, combinando a redução do TG, por meio das taxas de resfriamento disponíveis na usina, com a adição de teores de nióbio e outros elementos que promovem o aumento do LE por endurecimento por precipitação de carbonitretos. Assim se obteve a amostra de aço X80 investigada neste trabalho, conforme descrito no item 3.1 adiante.

Como resultado da velocidade de resfriamento vindo do campo austenítico, a austenita que não se transforma em perlita ou bainita pode se enriquecer de C, por ser mais favorável a este que as outras estruturas, abaixando sua temperatura de início de transformação martensítica. Nesta região enriquecida, quando se atinge a temperatura ambiente, costuma ter ocorrido a transformação martensítica em pequena fração volumétrica com alguma austenita residual, daí a origem do microconstituinte AM que será investigado. Muitos trabalhos, como o de REBELLO e SAUER[3] o tratam como sendo de difícil detecção (por causa de suas pequenas dimensões), de alta dureza, mas com alto poder fragilizante devido a sua alta densidade de discordâncias, comprometendo o produto final.

A microestrutura dos aços modernos para gasodutos X80, X100 e X120 normalmente é predominante ferrítica, com estruturas bainíticas, martensíticas e austenita retida, sua quantidade e estabilidade variam conforme o processo. Os aços assistidos pelo efeito da *plasticidade induzida por transformação* (TRIP)[4,5] utilizam-se da austenita retida e da sua transformação tardia para martensita para obtenção de maiores ductilidades, como melhor descrito adiante.

Após a transformação da austenita para ferrita, perlita, bainita ou martensita, são detectáveis:

1) Ampliação da resposta magnética do material.

2) Expansão no reticulado do material aumentando seu volume.

3) Diminuição da densidade de massa.

O aço do presente estudo contém microestruturas de *ferrita poligonal* (α_p), *ferrita quase-poligonal* (α_q), *ferrita* (α) granular refinada, além de colônias de B alotriomórfica em forma de banda, acompanhadas de ilhas de constituinte AM.[6]

Métodos de determinação microestrutural de forma rápida, fácil e razoavelmente barata, como as propostas por propriedades magnéticas e densidade de massa (pelo princípio de Arquimedes) podem vir a ser úteis para a indústria, por exemplo, medir a quantidade de austenita presente em um aço API ou no constituinte AM antes e depois do processamento, melhorar o entendimento sobre a estabilidade da austenita de um produto TRIP, acompanhar a transformação de fase em aços dúplex sob tensão, prever qualquer mudança dimensional que poderá ocorrer em um material contendo ferro - γ metaestável etc., além de que estes ensaios permitem substituir outros mais dispendiosos.

A presente pesquisa utilizou as propriedades de *polarização magnética de saturação* (J_s) e densidade de massa, pelo método hidrostático, para monitorar a *austenita retida* (γ_r) em vários estágios de deformação ou tratadas termicamente, comparando-as com a difração de raios X.

1.1. OBJETIVO

O propósito do trabalho é compreender melhor o microconstituinte AM, monitorando a transformação de sua austenita por tratamento térmico ou pela *transformação martensítica induzida por deformação* (SIMT), com ênfase em seu comportamento magnético.

O trabalho avaliou por métodos indiretos (polarização magnética e densidade hidrostática) os diferentes efeitos sobre a microestrutura de uma chapa de aço multifásico, de *alta resistência e baixa liga* (ARBL) classe API 5L X80 para gasodutos, comparando estes resultados com difração de raios X. A chapa tem espessura de 19 mm e seria submetida ao processo de conformação UOE. A deformação do processo foi simulada por laminação a frio, à temperatura ambiente, com reduções de 5 até 20% em área. Os tratamentos térmicos foram revenimento a 300°C/ 2 horas ou -196°C/ 4 horas.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. OS AÇOS PARA GASODUTOS

Aços para gasodutos têm rigorosas exigências que incluem: alta resistência mecânica, alta ductilidade, tenacidade, resistência à corrosão e boa soldabilidade.

Por segurança houve uma padronização destes aços por meio de normas criadas por institutos como o American Petroleum Institute (API) que utiliza a especificação 5L,[7] a qual objetiva detalhar como função da área de aplicação os dutos de gás, petróleo e água em assuntos como dimensões, propriedades mecânicas, tipo de solda, composição química, exigências de testes e inspeções, enfim, procura especificar níveis de qualidade para as aplicações. Níveis que são medidos conforme *Especificação do Produto* (PSL) 1 ou 2. O primeiro grupo, PSL 1, conta com os diversos graus até o X70, mas atende as especificações com exigências básicas. Os tubos pertinentes ao PSL 2 inclui o X80 e são mais sofisticados, possuem especificações restritas como quantidade de *carbono equivalente* (CE), faixa de resistência mecânica e ductilidade-alongamento.

Essas propriedades são alcançadas através do controle rigoroso dos elementos de liga e do processo ao qual o material será submetido.

Estão apresentados na **Tabela 1** os graus, onde a letra X significa alta resistência e os números que o acompanham são os *limites de escoamento* (LE) em ksi. Na mesma também estão apresentados em níveis mínimos e máximos, o *limite de escoamento* (LE), o *limite de resistência à tração* (LR) e alongamento para vários aços classe API. O alongamento (AL) previsto pela norma API,[7] no sistema internacional de unidades, é calculado conforme a equação: $AL = 1{,}944 \cdot (A^{0,2} / LR^{0,9})$. Onde: A é a área do corpo de prova em que a tensão de teste está sendo aplicada. Para um corpo de prova de 12,7 mm, o alongamento mínimo previsto em norma seria de 19, 17 e 16% para os graus X60, X70 e X80 respectivamente.

Tabela 1: Comparativo dos LE , LR e alongamento dos vários graus de gasodutos utilizados, previstos pela norma API.[7] As referências 8 a 10 estão na coluna do alongamento.

Grau	LE (MPa)		LR (MPa)		Alongamento (%) (conforme as referências 8 a 10)
	Mínimo	Máximo	Mínimo	Máximo	
X60	414	565	517	758	24[8]
X70	483	621	565	758	23[8]
X80	552	690	621	827	22[8]
X100	690	840	760	990	19[9]
X120	830	1050	915	1145	14[10]

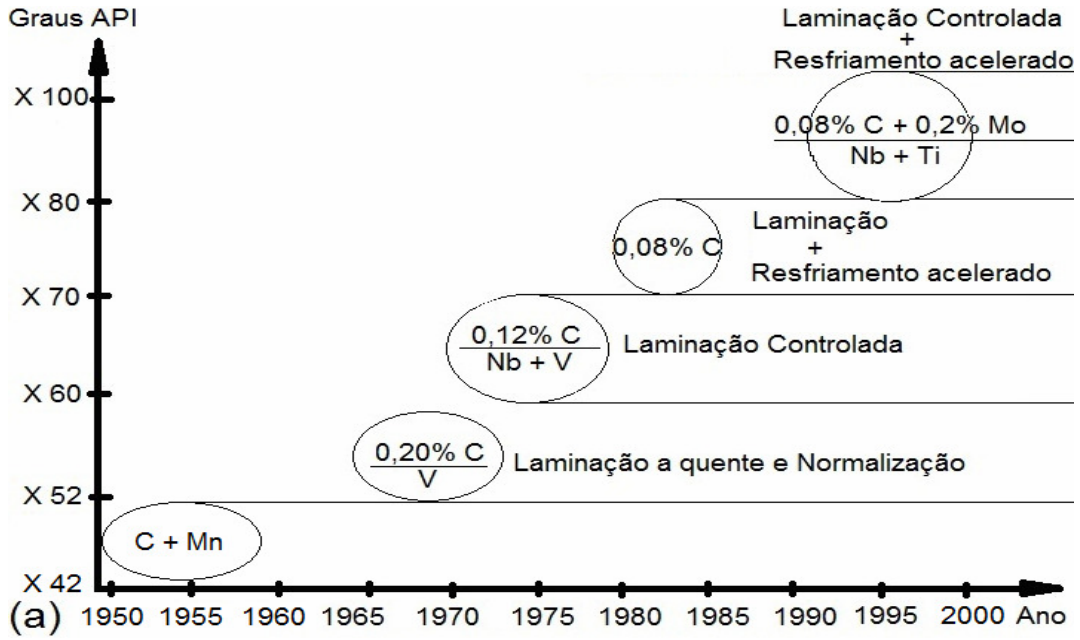
O uso de tubulações de petróleo aperfeiçoou-se muito na segunda metade do século XIX. Entretanto, o desenvolvimento mundial dos aços *alta resistência e baixa liga* (ARBL ou em Inglês HSLA) para este fim recebeu contribuições relevantes por parte de Alemanha, Inglaterra e Japão ao longo da história, mas originou-se[11] nos *Estados Unidos* (EUA) em 1948, iniciando a especificação API 5L X com o X42. Apesar do uso de Nb anteriormente, foi na década de 1950 com as descobertas de nióbio no Canadá (Oka) e Brasil (Araxá – MG, a maior reserva conhecida do mundo de pirocloro, o minério de Nb) que houve aumento de sua oferta e em 1959, com adições deste elemento, já que aumenta a temperabilidade, endurece por solução sólida e refina grão, surge o aço X52. Atualmente os aços microligados representam 75% do consumo de Nb,[12] o menos denso e com menor temperatura de fusão dos metais refratários. A necessidade, falhas e aprimoramentos da época, levaram ao final da década de 1960 ao grau X60. A redução de *perlita* (P), maior refino de grão da matriz ferrítica, aumento da densidade de discordâncias e precipitação foram as práticas que contribuíram para o X65. Durante a década de 70, outra rota de processamento, a chamada *laminação termo-mecânica controlada*, TMCR ("ThermoMechanical Controled Rolling"), possibilitou o X70, amplamente usado em em tubulações de alta pressão.

Até então estes materiais eram constituídos de ferrita, alguma perlita e bainita. Na década de 80, a laminação TMCR foi implementada com o chamado

resfriamento acelerado, que juntamente com adições de *titânio* (Ti), originaram os graus X80[13] até X100, em meados de 1990 surge o X120.

A partir do X80, os principais microconstituintes são: ferrita (α), bainita (B), martensita (αM) e austenita (γ) dita retida (γ_r), pois é metaestável. Estas outras microestruturas foram possíveis mais pelo resfriamento acentuado e controlado (processo), do que pela composição.

Um resumo da evolução dos tubos para gasodutos, adaptado de BAI,[14] está na **Figura 1a**, em **b** está um comparativo entre LR e alongamento até a fratura para as várias grandes classes de aços.[15]



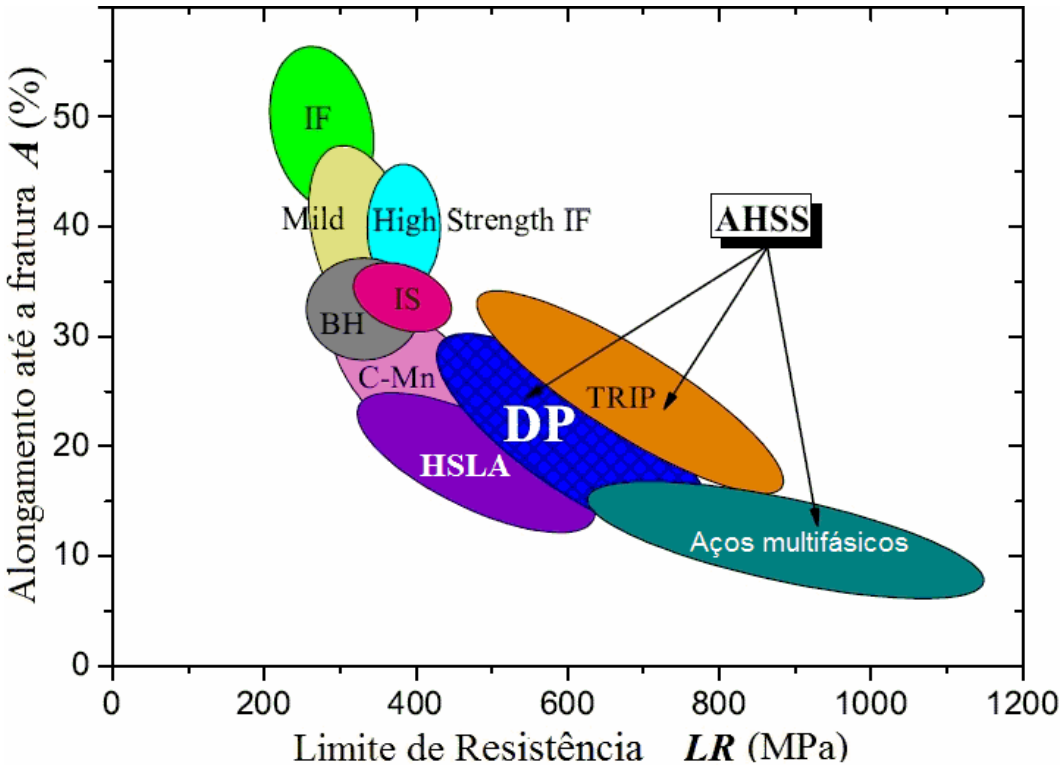


Figura 1: Em (a) a evolução dos tubos para gasodutos (adaptado de BAI)[14] e em (b) alongamento até a fratura em função do limite de resistência para várias classes de aços.[15]

A tendência aponta para o desenvolvimento dos aços microligados de *ultra alta resistência* mecânica (UHSLA) como os X100 e X120, detentores de microestruturas com maiores LE e LR, como *ferrita acicular ou bainítica* (α°B) e B, mas seu uso comercial no Brasil necessita do desenvolvimento, aperfeiçoamento de equipamentos e técnicas recentemente adotadas. Estes aços costumam possuir γ_r na forma de constituinte AM.

A evolução do processo de laminação a quente é um bom exemplo de como melhorar as características de um produto e reduzir seu custo. Há alguns anos, uma técnica diferente da que foi usada para o aço da atual pesquisa, mas que também resulta em γ_r como constituinte vem sendo utilizada. Parecida com a austêmpera, mas ao invés do aquecimento ser conduzido em temperaturas maiores que a da zona intercrítica, é conduzido na região bifásica, seguida de resfriamento até uma temperatura ligeiramente acima da M_s. O material permanece nesta temperatura por um período para que ocorra a transformação da austenita para bainita ($\gamma \rightarrow$ B), depois resfriando até temperatura ambiente.

Quando o primeiro estágio trata-se de um recozimento intercrítico, resulta em pequenas ilhas de γ na matriz α, capaz de se enriquecer de C conforme o tratamento térmico prossegue. Adições de Mn, Cr, V e Nb são para retardar a formação de perlita[16] conduzindo as curvas de transformação para tempos maiores. O segundo estágio fica em função das condições de resfriamento, onde a γ transforma-se em αM, B ou ferrita, às vezes retendo alguma γ.[17]

Os aços ditos bifásicos ou dual phase (DP) foram desenvolvidos para melhorar a combinação entre resistência e ductilidade.[17] Costumam ser resfriados diretamente à temperatura ambiente desde o aquecimento intercrítico, mas também é aplicável a técnica de dois estágios.

A γ_r também compõe esta classe de aços, na forma de filmes nas ilhas de αM.[15] Aços DP tipicamente contém baixo C (0,05 a 0,15% p.), Mn (1 a 1,5% p.) e Si (0,4% p.), possuem fina dispersão de partículas de αM (25 ~ 55% em volume) em uma matriz ferrítica, com B, P e γ_r em pequenas quantidades. O TG da matriz está entre 1,5 ~ 3 μm.[15]

A técnica em dois estágios é boa para se obter aços DP de baixa liga com altos LE e alongamento.[18] A estrutura bifásica formada no recozimento intercrítico é fortemente afetada pelo resfriamento. Os dois estágios de resfriamento consistem de resfriamento suave vindo de uma região de mais alta temperatura e resfriamento um pouco mais rápido na região de temperatura menor.

Empregando-se aquecimento rápido e curto tempo na temperatura intercrítica, produz-se aços com altos LE e *coeficiente de encruamento* (*n* - “strain-hardening exponent”).

Nesses aços a γ_r foi detectada[18] em contornos de grão e dentro da α, de 2 a 9%, variando conforme a taxa de resfriamento. As ilhas de αM parecem consistir de ripas (“lath”) e maclas (“twinned martensites”). Neste mesmo trabalho os autores sugerem que a γ_r estabilizada contribui para a ductilidade de aços DP e que a possibilidade da transformação de austenita para martensita ($\gamma \rightarrow \alpha$M) por deformação é ótima para as propriedades mecânicas.

Os aços[17] ditos TRIP também costumam ser transformados isotermicamente em temperaturas abaixo de A_1 depois de aquecimento intercrítico. Elementos de liga, tempo e temperatura (intercrítico e isotérmico) são controlados para produzir B e maximizar a quantidade de γ_r. Desta maneira, a γ_r após o tratamento é capaz de sofrer transformação martensítica induzida por tensão, tendo um efeito benéfico à ductilidade. Durante tratamento isotérmico, a máxima quantidade de γ_r se dá por volta de 400°C. Para temperaturas maiores, a B nucleia muito rápido, para temperaturas menores a austenita se transforma em αM. Possuem 1,2 a 1,5% p. de Si (muito acima para os aços ARBL) para diminuir a formação de precipitados (Fe_3C) durante a transformação $\gamma \rightarrow$ B, resultando em α°B. Há rejeição de C da α, assim o C da γ remanescente aumenta e M_s diminui, aumentando sua estabilidade.

Os aços assistidos pelo efeito TRIP são ligas contendo Fe-C-Si-Mn. É possível obter grande variedade de combinações de LE, LR e alongamento com mudanças sutis no tratamento térmico. Estas propriedades são dependentes da γ_r, de sua fração volumétrica, morfologia, estabilidade, interface e dispersão.[19]

Completando os aços AHSS – ("Advanced high strength steels") para gasodutos estão os multifásicos com ilhas martensíticas, B e γ_r dispersos em uma matriz ferrítica. Aços AHSS incluem DP, DP ferríticos-martensíticos, TRIP e multifásicos complexos.[15]

Nota-se que vindo do X42 ao X120 aumenta-se muito a densidade de discordâncias e diminuem-se o teor de C, o TG médio e a espessura do tubo. Os mecanismos de endurecimento dos aços ARBL incluem refino de grão, precipitação, subestrutura de discordâncias, solução sólida e envelhecimento com deformação.[20]

Nos anos de 1969 e 70 usou-se o aço tipo API X80 no Alyeska pipeline, no Alaska e em 2005, também nos EUA, foi construído o maior duto de aço API X80, com extensão de 650 km e 36" (914,4 mm) de diâmetro.[2]

No Brasil tem início em 1986 o desenvolvimento do aço X80 pela Cosipa, a partir de duas ligas (NbVCrNi e NbMoTi) usando o processo de laminação TMCR.[11] A precipitação de carbonitreto de Nb na γ durante a laminação a quente provoca diminuição da *temperatura de não recristalização* (T_{nr}), significando deformar mais a γ antes da transformação de fase, obtendo como produto grãos mais refinados da

matriz ferrítica. A adição de elementos de liga para suprir o resfriamento acelerado pode introduzir heterogeneidades como segregação e delaminação.[21] Aços ARBL possuem baixa chance de delaminação devido às microestruturas aciculares, bainíticas e às pequenas quantidades de inclusões presentes,[21] dos tipos:[17] Sulfetos, alumina, silicatos e óxidos, os quais costumam ser nocivos à ductilidade.

O gasoduto Brasil – Bolívia é de aço API X65 e X70. Atualmente a Usiminas está se aperfeiçoando para produzir graus API maiores, pois o cenário é de alta demanda e desde 2010 implementa a tecnologia do controle contínuo, ou "*continuous on line control*" (CLC), que possibilita a produção de aços através do processo termo-mecânico controlado, TMCP ("Thermo Mechanical Control Process"), tecnologia de uma parceria com a Nippon Steel, instalada na usina de Ipatinga.[22]

Se fosse possível resumir, as variáveis principais que afetam os materiais são: composição química e processo, que por sua vez é determinante na estrutura cristalina e morfologia; conforme revisão abaixo.

2.2. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS AÇOS PARA GASODUTOS

Um sumário dos limites na composição química recomendados pela EWI Microalloying[23] está apresentado na **Tabela 2**. EWI significa Edison Welding Institute, localizado na Universidade Estadual de Ohio (EUA), a qual classifica com maiores detalhes que a norma API os limites na composição destes materiais.

Tabela 2: Limites na composição química recomendados pela EWI Microalloying.[23]

	Grau	X42	X46	X52	X56	X60	X65	X70	X80
Elemento	Mínima	Máxima porcentagem em peso							
C		0,13	0,12	0,12	0,12	0,11	0,10	0,10	0,08
Mn		1,25	1,30	1,45	1,45	1,40	1,60	1,65	1,70
Si		0,45	0,45	0,35	0,35	0,45	0,45	0,35	0,35
S		0,01	0,01	0,01	0,01	0,006	0,005	0,006	0,005
P		0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,018	0,02	0,018
Cu		0,25	0,25	0,40	0,40	0,30	0,35	0,40	0,40
Nb		0,05	0,05	0,06	0,06	0,06	0,08	0,10	0,11
V		0,05	0,05	0,06	0,06	0,06	0,08	0,08	0,08
Ti		0,02	0,02	0,025	0,025	0,02	0,025	0,025	0,025
Al	0,02	0,05	0,05	0,06	0,06	0,05	0,05	0,05	0,05
N		0,009	0,009	0,009	0,009	0,009	0,009	0,009	0,009
Cr		0,10	0,10	0,15	0,15	0,02	0,05	0,35	0,40
Ni		0,15	0,15	0,50	0,50	0,02	0,50	0,50	1,00
Mo		0,15	0,15	0,10	0,10	0,30	0,30	0,35	0,35
B		0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005	0,0005
Ca		0,0045	0,0045	0,0045	0,0045	0,0045	0,0045	0,0045	0,0045
Pcm		0,19	0,19	0,20	0,20	0,20	0,20	0,23	0,23
CE		0,43	0,43	0,40	0,40	N/A	N/A	0,45	0,45

2.3. O PROCESSO DO AÇO EM ESTUDO

A solidificação é realizada através de lingotamento contínuo, de onde se obtém placas grossas, que são reaquecidas (1250°C/ 250 min) e laminadas TMCR até a espessura de 19 mm. O processo TMCR consiste em aplicação de calor e deformação simultaneamente, para alterar a forma e refinar os grãos até se atingir as propriedades desejadas na chapa, assim aperfeiçoam-se as propriedades mecânicas do material com o controle da recristalização, crescimento de grão e precipitados sobre a microestrutura.

O processo TMCR compreendeu tratamento em forno entre 1170 a 1250°C para solubilização, a laminação de desbaste ocorreu entre 1100 a 1050°C, na região de recristalização da γ. A laminação de acabamento é abaixo da *temperatura de não recristalização* (T_{nr}), inicia-se em 740 a 710°C encerrando-se entre 690 a 680°C, resfriando até a temperatura ambiente. Os graus de deformação na última laminação

eliminaram o resfriamento acelerado, previsto entre 800 a 500°C, o qual evita o crescimento dos grãos de ferrita.

Após o resfriamento, a chapa passará pelo processo UOE, sigla que abrevia três operações da conformação para transformá-la em tubo, conforme apresentado na subseção seguinte.

2.3.1. O processo de conformação UOE

O processo de fabricação de um tubo é definido baseado nos parâmetros de operação, diâmetro interno, espessura da parede, grau do material do tubo, proteção contra corrosão e até peso.

As chapas submetidas ao processo UOE geralmente são para fabricação de tubos com diâmetro maior que 16" (404,6 mm)[24] e se transformarão em tubos através de uma sequência de processos, dentre os quais envolvem prensas "U" e "O", próximo do fim a *E*xpansão com mandril. São estas etapas que dão nome ao processo.

Como pode ser visto com maiores detalhes na **Figura 2**, a chapa inicia o processo com pesagem, depois suas bordas são usinadas para receber o cordão de solda, em seguida, as bordas são prensadas com a intenção de fazer uma leve curvatura para facilitar o fechamento. Segue o processo com a conformação da chapa em um "U" (**Figura 3a**) seguido da prensa "O" (**Figura 3b** e **c**), a conformação é auxiliada por lubrificante. Em seguida são executados o passe de selagem, a inspeção visual, o faceamento das extremidades e a soldagem interna e externa das chapas por arco submerso, SAW ("Submerged Arc Welding"). Após isso, há o cuidado com o acabamento interno e externo, inspeção da solda, expansão a frio (**Figura 3d**) e teste hidrostático, seguido de nova inspeção da junta soldada, para enfim o acabamento final e despacho.

A deformação plástica acumulada durante o processo UOE oscila próximo aos 10% nas superfícies da chapa,[25] o alongamento do aço nesta pesquisa estudado foi determinado por PASSAGEM[26] e é próximo dos 30% com temperatura de transição dúctil-frágil por volta de – 80°C.[26]

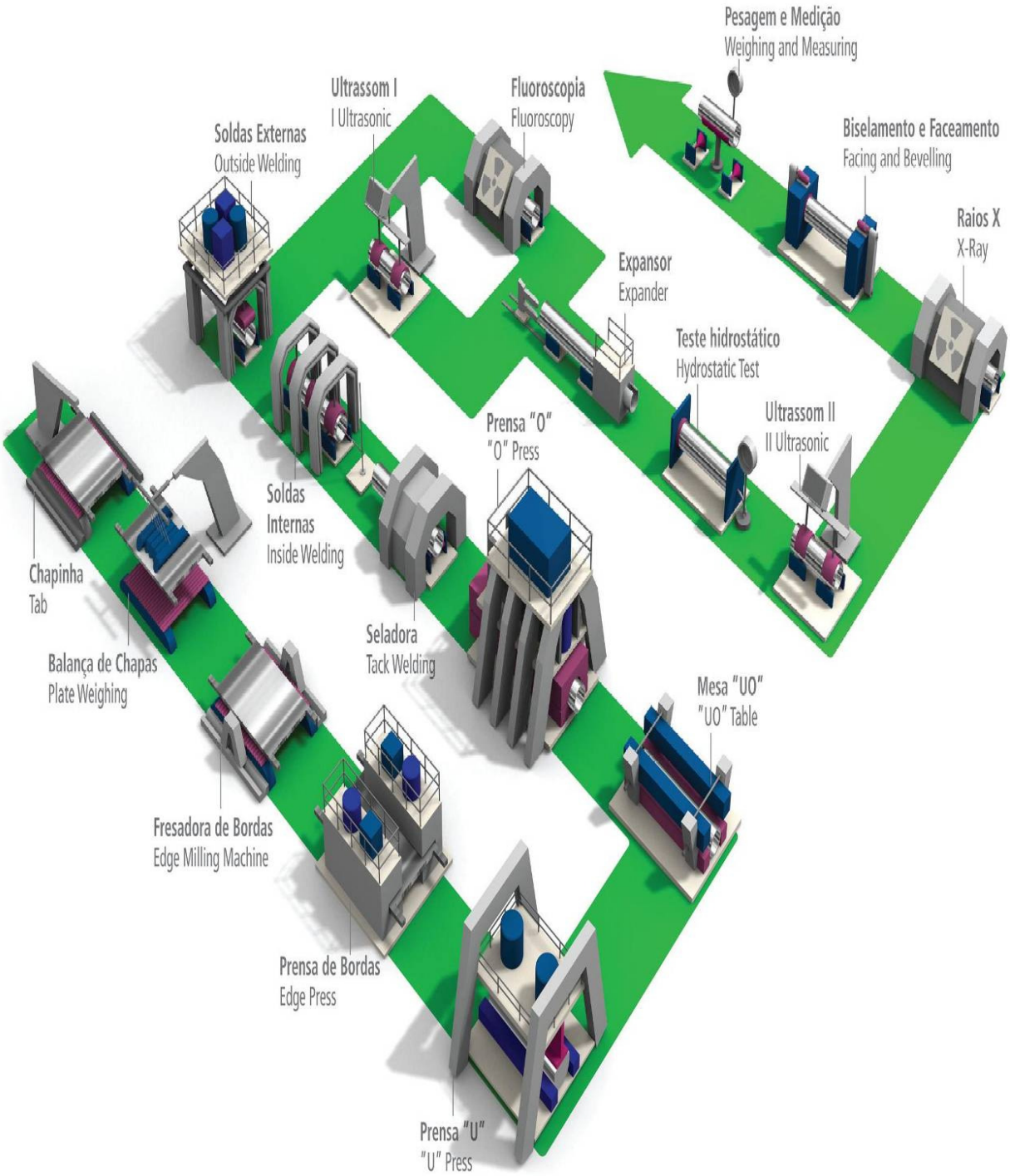


Figura 2: Processo UOE na íntegra.[27]

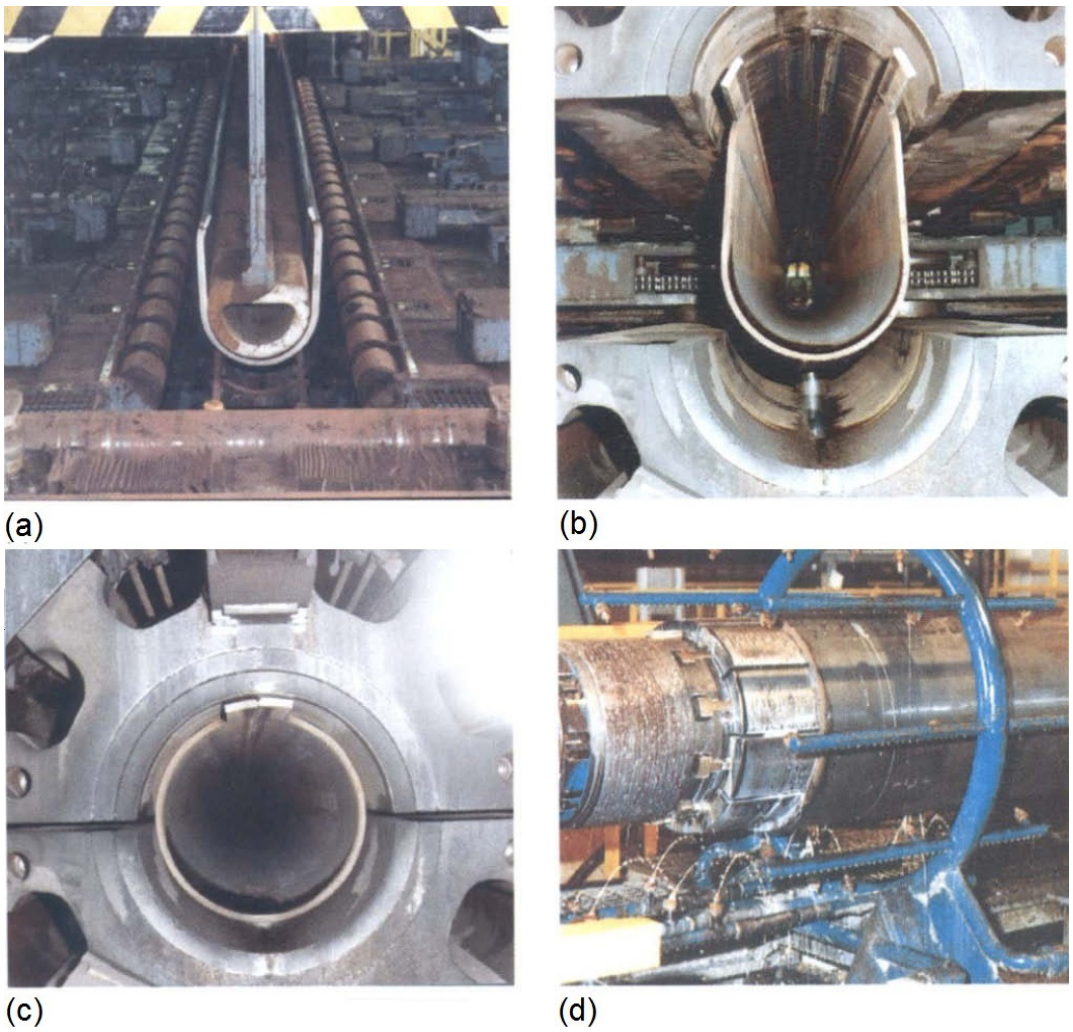


Figura 3: Detalhes que dão nome ao processo.[24] Em (a) prensa "U" com chapa já conformada, em (b) e (c) prensa "O". Em (d), Expansão em andamento.

2.4. MICROESTRUTURA DOS AÇOS PARA GASODUTOS

Foi usada a nomenclatura de KRAUSS, G. e THOMPSON S. W.[28] de acordo com o "Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ)", conforme listado na **Tabela 3**.

O aço do presente estudo foi caracterizado por GONZALEZ[6] e contém microestruturas de α_p, α_q, α granular refinada, além de colônias de B alotriomórfica em forma de banda, acompanhadas de ilhas de constituinte AM, cuja composição é principalmente de martensita (αM) de alto carbono (ferromagnética) e austenita

(paramagnética). A caracterização feita pelo mesmo indica conter aproximadamente 3% de γ_r em fração volumétrica.

A ferrita pode se apresentar com morfologias, e assim propriedades, distintas conforme o tratamento térmico (α_p, α_q, α°B etc.).[22,29]

Quando transformações de fase ocorrem, a fase nova nucleada recebe os seguintes termos em função de sua morfologia, classificadas conforme a **Figura 4:**[30]

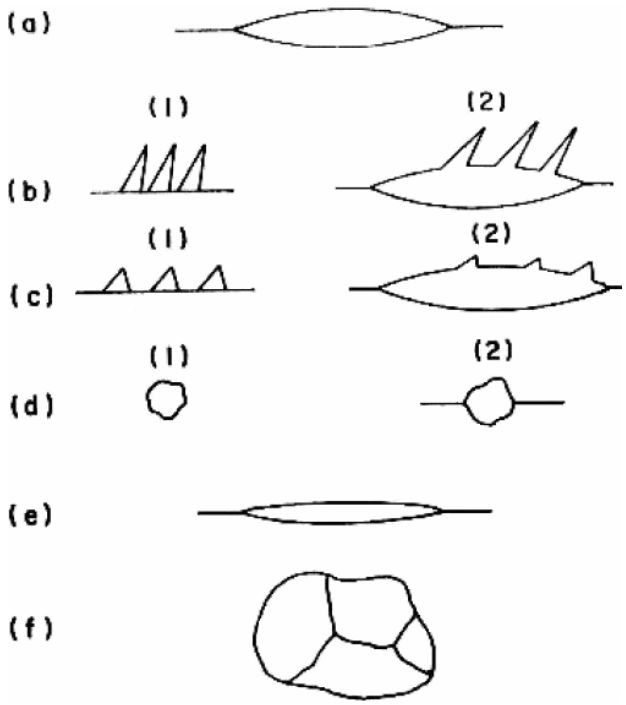


Figura 4: Classificação morfológica de Dubé e Aaronson.[30] Em (a) alotriomorfos de contorno de grão, em (b) agulhas ou placas (1 – nucleação primária e 2 – secundária), em (c) dentes de serra, em (d) idiomorfos (1 – intragranular e 2 – contorno de grão), (e) partículas alongadas intragranulares e (f) estrutura maciça.

O termo alotriomorfo pode ser interpretado como sendo sem semelhança com a estrutura cristalina anterior ao nuclear de uma nova fase, pois contém pouca ou nenhuma relação com os planos de hábito do cristal. A morfologia típica é lenticular como se vê na figura (a), invadindo os grãos adjacentes. O termo idiomorfo significa mesma forma ou semelhante à estrutura cristalina que a gerou, possuem visível relação de planos de hábito. Na figura, a distinção entre primária e secundária é que a primeira cresce diretamente do contorno de grão e a segunda cresce a partir de uma partícula de contorno de grão pré-existente.

Tabela 3: Simbologia adotada para classificação da microestrutura[28] em acordo com a ISIJ.

Símbolo	Nomenclatura
α_p	Ferrita poligonal
α_q	Ferrita quase-poligonal
α_w	Ferrita Widmantätten
$\alpha°B$	Ferrita Bainítica ou acicular
αB	Ferrita Bainítica granular
γ_r	Austenita retida
AM	Constituinte Martensita / Austenita
αM	Martensita
B	Bainita
Bu	Bainita Superior
BL	Bainita Inferior
P	Perlita
P´	Perlita degenerada
Θ	Cementita

A identificação microestrutural de aços ARBL modernos conforme Araki et al.[31] é:

- α_p: Equiaxial formada em interfaces planas incoerentes, baixa densidade de discordâncias, sem relação de orientação com a matriz γ, nucleação puramente difusional na forma alotriomórfica e com partição e equilíbrio local na interface (partição se diz quando a difusão do elemento intersticial diminui substancialmente para acompanhar a difusão do elemento substitucional). A temperatura em que aparece é muito alta e a microestrutura final é recristalizada. (A_{r3} = 827°C). Estes grãos de α_p são da ordem de 3 a 4 µm.[6]

- α_w: Geralmente nucleia nos contornos alotriomorfos de α_p já nucleados e também nos contornos de grão da γ. Cresce na forma de plaquetas ou ripas com interfaces planas e semi-coerentes. Possui baixa densidade de discordâncias, relação de orientação com a γ inicial e crescimento frontal sem partição com equilíbrio local na interface (T_0 = 727°C)

- α_q: Apresenta interface irregular, incoerente ou semi-coerente de baixo ângulo, baixa e média densidade de discordâncias, sem relação com a γ, nucleando em alotriomorfos, sem partição e equilíbrio local na interface, crescimento

semelhante ao de transformações massivas ou por mecanismos de degraus em ligas de mais alto C (A_{r1} = 627°C).

- α°B: Acicular na forma de feixes de ripas com densidade de discordâncias relativamente alta e alto LE. Normalmente se forma por nucleação simpática e crescimento bainítico (difusional por cisalhamento). A nucleação simpática trata-se de uma transformação de fase em que o produto nucleia heterogeneamente na interface entre um cristal recém formado e o cristal pré-existente da matriz. A faixa de temperatura em que aparecem é entre B_s e M_s. Há trabalhos[32,33] que encontraram placas com largura inferior a 1 µm. Krauss[28] estabelece diferenças sutis entre a α°B e a ferrita Widmanstätten, sendo a última detentora de cristais maiores e com menor densidade de discordâncias que a acicular, deve-se a resfriamentos menos intensos.

A austenita retida como a que o aço ARBL desta pesquisa contém, presente também nos aços AHSS, é resultado de uma inibição da reação de decomposição que se espera desta fase, sua ocorrência se deve muito pelo tratamento térmico executado e se soma à dificuldade criada pela adição dos elementos de liga. Sua eliminação se dá por tratamentos térmicos como revenimento ou subzero, ou por deformação quando esta for metaestável.

A transformação da austenita para martensita ocorre durante o resfriamento a partir da temperatura M_s, podendo ocorrer acima desta, se sob tensão (a partir da temperatura M_d), como será visto com mais detalhes adiante. Durante o aquecimento, próximo aos 300°C, a austenita retida deve se transformar em bainita, com rejeição do C para a ferrita da B, se na faixa de tempo adequado. No aço estudado, a deformação por laminação ocorreu na temperatura ambiente, entre M_s e M_f.

Quanto mais enriquecida em C (mesmo efeito para o Mn), mais estável é a γ_r. Segundo Krauss,[17] estabilização é o fenômeno que diminui a habilidade da γ de se transformar em martensita. Sua estabilidade é função da composição química, morfologia, tamanho e estado de tensões na matriz.[34] Para obtenção dos efeitos benéficos é importante a estabilidade da dispersão da austenita retida e não exclusivamente da sua quantidade. O autor citado[17] também apresenta curvas de tensão-deformação (σ x ε), as quais demonstram o benefício à ductilidade do

material quando a γ_r estabilizada se transforma em αM por SIMT, porque aumenta o coeficiente de encruamento do material e atrasa sua estricção.

Também no aço assistido por TRIP do trabalho de MATSUMURA[35] de 1987, conclui-se que a γ_r tem papel importante na ductilidade, mas não sabe-se quanto. Já no trabalho de 1991,[36] apresenta a **Figura 5a**, com o teor de C na γ_r em função de sua fração total, na condição em que a α e B não contenham C e nenhum precipitado se formou. Foram estudados sete aços com 0,2% C, mas com diferentes teores de Si e Mn, após tratamento térmico em dois estágios. Trata-se de uma suposição, já que 1,7% C é o valor que a γ se transforma em B medido experimentalmente a 400°C, e acima de 12% de γ_r ela é pobre e desigual em C, não oferecendo muita estabilidade. Em outro trabalho,[37] mas com material e tratamento semelhantes ao anterior, a quantidade de γ_r foi medida por difração de raios X e está apresentada na **Figura 5b**, demonstrando que a quantidade de γ_r aumenta linearmente com o teor de C no aço, exceto para aços baixo C onde esta relação não é linear.

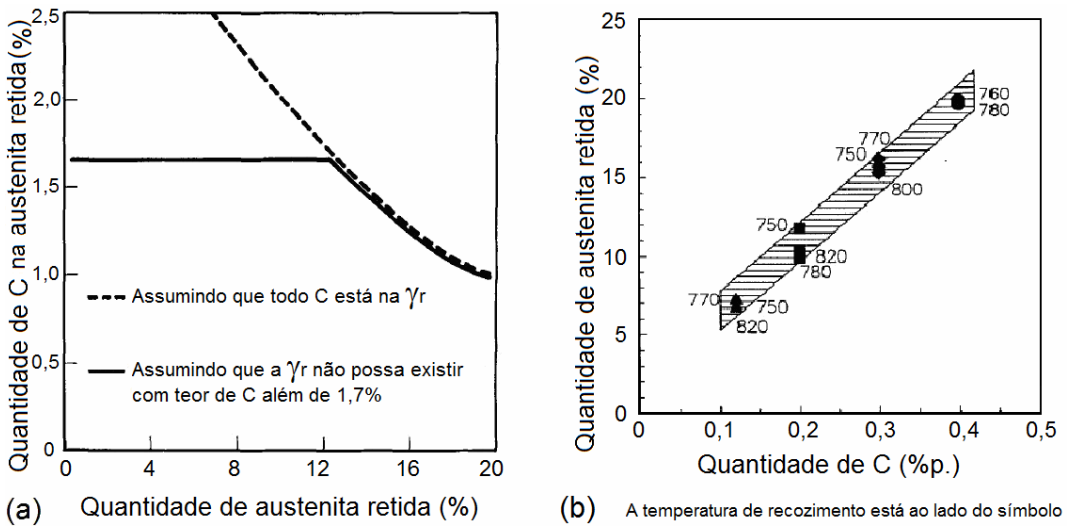


Figura 5: Em (a) suposição de máximo teor de C na austenita retida em função da sua quantidade.[36] Em (b) quantidade de γ_r em função do teor de C no aço, medida por difração de raios X.[37]

O tamanho dos cristais de austenita retida dos aços modernos encontrados variam conforme o tratamento aplicado, porém costumam ser da ordem de 2 a 3 µm,[34] mas há trabalhos em que o tamanho medido é bem menor que 2 e maior que

5 μm,[36] dependendo da morfologia desta austenita, conforme será descrito melhor adiante.

Grãos finos de γ_r podem ser obtidos em aços quando o aquecimento na zona intercrítica é feito após laminação a frio e quando o recozimento intercrítico é suficiente para se obter o máximo de C.[34] A γ_r de um recozimento intercrítico seguido de transformação bainítica, é fina e estabilizada.[35]

Quando a austenita fica retida, como a obtida no aço DP do trabalho da referência,[38] 14% de deformação foram suficientes para transformar quase toda γ_r, isolada nos grãos de α, para αM. Terminam concluindo que ela também pode ficar isolada por um crescimento local durante a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ sob resfriamento, e sua estabilidade depende de seu tamanho de partícula e energia química livre.

A quantidade de γ_r à temperatura ambiente aumenta como função da temperatura de austenitização e do teor de C.[39] É comum em aços baixo C com alto Si a presença da austenita enriquecida de C entre as ripas de α°B. Nestes casos, a existência de partículas de martensita entre os pacotes de B são ditos microconstituinte AM,[21] predominantemente com tamanho inferior a 2 μm. Sua quantidade aumenta proporcionalmente ao aumento de Si.

Microestruturas bainíticas podem ter diferentes formas. Para aços de médio e alto carbono é uma mistura de ferrita e cementita, dependente da difusão e partição do carbono entre estas estruturas. Similar a martensita, a ferrita das estruturas bainíticas são aciculares e não em ordem lamelar como a perlita.[17]

Segundo as referências[33,40] o microconstituinte AM se localiza dentro das colônias de B e em contornos de α, porque na formação das mesmas ocorre partição de C para a austenita ainda não transformada, algumas regiões enriquecidas não se transformam em bainita e no resfriamento, conforme esta austenita vai atingindo M_s, acabam por se transformar em AM. Este possui morfologia da γ mas com dureza da αM.[40]

De acordo com Dimatteo et al.[41] existem cinco tipos de morfologia para a γ_r:

1) bloco cercado por α_p,

2) bloco ou camadas cercados por α°B,

3) bloco ou camadas cercados por B,

4) camadas separadas por ripas de αM e

5) constituinte AM.

A diferença entre os dois últimos é que a austenita presente no contituinte AM possui diminutas dimensões, sendo de difícil resolução.

No trabalho do mestrado de GONZALEZ[6] foi investigado o uso da polarização magnética através de histeresígrafo para determinar a quantidade de γ_r no mesmo aço da atual pesquisa. Ele concluiu que havia em sua amostra 3,4% desta fase presente em fração volumétrica.

A presença de γ_r pode ter desvantagens devido à sensibilidade ao hidrogênio ("delayed fracture") e diminuir outras propriedades, como soldabilidade ou as condutividades elétrica e térmica. O trabalho de MATSUMURA de 1992,[42] sobre os efeitos da γ_r na conformação de aços, comenta os efeitos indesejáveis da γ_r na fratura por deformação. Porém, o mesmo trabalho diz ter encontrado relações plausíveis entre γ_r e conformabilidade. Recentemente, mais trabalhos[43-45] vêm encontrando relações positivas consistentes entre quantidade/ estabilidade de γ_r e propriedades mecânicas, propondo que a excelente combinação de resistência e ductilidade devem-se a SIMT e TRIP, possíveis devido sua presença.

A mudança da quantidade de γ_r não coincide de maneira simplória com a ductilidade, as discrepâncias são porque a ductilidade não é função apenas da γ_r e sim das outras microestruturas também.[36] No trabalho de BAI[40] com um aço TRIP 0,2% C, 1,5% Mn, 1,5% Si e 0,035% Nb, foi relatada pequena quantidade de austenita retida do tipo bloco cercado por α_p, mas suas principais conclusões são que a austenita se enriquece de carbono durante a manutenção na temperatura isotérmica até que a formação de carbonetos se inicie, empobrecendo-a em seguida. Grãos de γ_r maiores que 1 µm, como encontrada por eles nos contornos de ferrita e/ou ferrita e bainita, são instáveis, se transformando em martensita com pequenas deformações, não contribuindo significativamente para a ductilidade. Grãos finos tendem a estabilizá-la mais eficientemente,[46] como a encontrada por BAI[40] nas ripas de α°B com 0,1 a 0,5 µm, do tipo camada ("interlayer lath") ou tipo filme, sendo este geralmente menor que 0,1 µm.

A literatura[47,48] informa que a martensita formada por deformação plástica geralmente é frágil e que a transformação $\gamma_r \rightarrow \alpha M$ pode causar trincas na martensita formada se a deformação for prosseguindo.

Muitos sistemas apresentam transformações martensíticas, transformações divididas em modos de operação ("cinética"): 1) Martensita atérmica: a reação é função exclusiva da temperatura, 2) Martensita isotérmica: cujo crescimento depende do tempo além da temperatura e 3) Martensita induzida por deformação. Apesar de existirem evidências da segunda martensita em aços alta liga, em geral nos aços ocorrem a atérmica,[49] que é definida como uma reação de transformação estrutural, não difusional, por distorção do reticulado de Bravais, com mudança de forma predominantemente cisalhante e cuja morfologia e cinética são determinadas pela energia elástica da transformação,[50] herdando a composição da fase antecessora, suas discordâncias e rearranjando as tensões no reticulado. Preferencialmente nucleia em contornos de grão e defeitos.

Nas ligas Fe-C a martensita é uma fase metaestável sendo vista na forma de *ripas* ("lath") para baixo C e na forma de *placas* ("thin plates") em aços alto C. Pode se apresentar com estrutura CCC em aços com baixo C ou estrutura TCC, uma forma distorcida do ferro CCC que se torna mais tetragonal quanto mais saturada em C (também chamadas de α'[28] e $\alpha'M$, respectivamente por alguns autores),[46] também pode se apresentar com estrutura HC (ε - paramagnético) nos aços inoxidáveis, devido à supersaturação de C ou à deformações e em outras ligas ferrosas com Co e alto Mn.

Como foi dito, a martensita pode ser formada por tratamento térmico (resfriamento ou aquecimento) e/ou deformação,[50] como a seguir:

- *Por* ***tratamento térmico:*** Durante o resfriamento destaque à temperatura de início da transformação (M_s), a qual é característica do material, função do teor de C e elementos de liga, a partir dela a transformação martensítica se inicia, tendo fim na temperatura M_f. Neste caso, a transformação governa a deformação. A transformação dos últimos resíduos de austenita se torna cada vez mais difícil quanto menor for a sua quantidade retida.[51]

- *Por* ***deformação*****:** A deformação (elástica ou plástica) é capaz de antecipar a temperatura de início de transformação, pois conforme a **Figura 6,**[52] para haver transformação $\gamma \rightarrow \alpha M$ é necessária uma quantidade de energia, a martensita consumirá uma parte já que para existir precisa de energias como de superfície e de deformação. Portanto, a reação não ocorre até que o material esteja em uma temperatura menor que T_0 (temperatura na qual não haja diferença de energia livre entre αM e γ para mesma composição). Então, quando uma carga externa for cedida ao material, como na forma de tensão (σ) há transformação, cuja intensidade para iniciar o processo aumenta conforme se afasta de M_s, mas atinge um limite superior, o qual deve ser T_0.

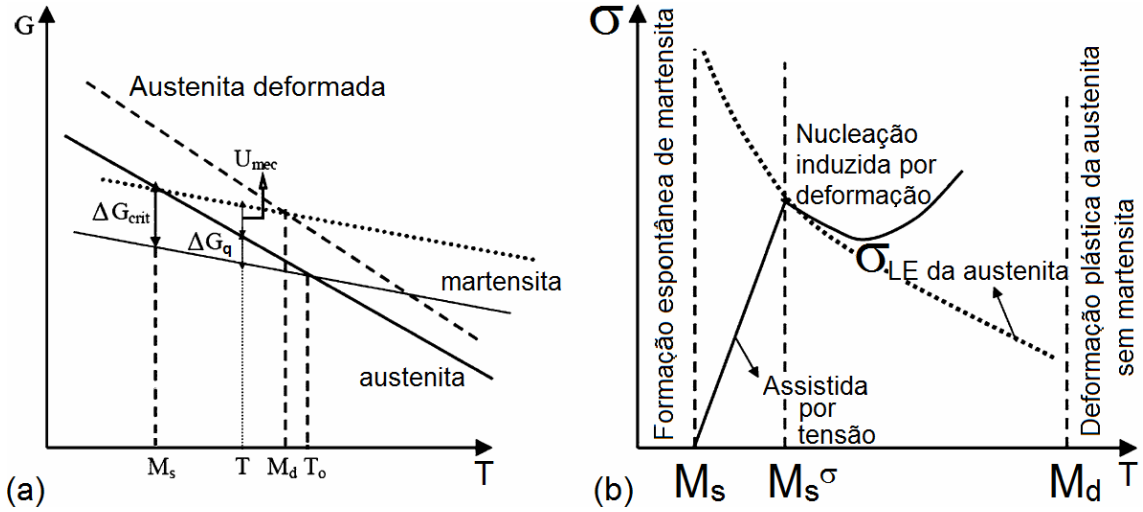


Figura 6: Em (a) a energia livre para transformação martensítica (a partir da austenita com ou sem deformação) em função da temperatura e em (b) esta transformação interagindo com tensão em função da temperatura.[52]

A transformação $\gamma \rightarrow \alpha M$ para ocorrer acima de M_s demanda tensão aplicada, como dito. Quando a nucleação for através de tensões elásticas se diz transformação assistida (auxiliada) por tensão ("stress-assisted").[53,54] Quando a tensão de transformação excede o LE da γ e o escoamento acontece antes da transformação, o regime é dito *induzido por deformação* (SIMT). Esta deformação

plástica introduz novos locais de nucleação[37,53] como em bandas de escorregamento e de escorregamento cruzado ("slip bands" e "crossings").[55] A temperatura afeta o número de bandas de cisalhamento produzidas e a probabilidade de nucleação. A região de tensão concentrada é relaxada pela transformação, não ocorrendo trincas.[55]

A dureza da martensita induzida por deformação é substancialmente maior do que a formada no processo térmico.[53]

A martensita que se transforma da austenita através de deformação possui a austenita considerada como metaestável, sua quantidade aumenta conforme a deformação prossegue (não linearmente), com a diminuição da temperatura de deformação e/ou com o aumento da taxa desta deformação,[56] também com a densidade de discordâncias e a área do contorno de grão austenítico, neste caso quanto maior o grão mais fácil é a transformação.[57]

2.5. A TRANSFORMAÇÃO MARTENSÍTICA INDUZIDA POR DEFORMAÇÃO

A martensita formada por deformação plástica é chamada de "strain-induced martensite". Quando tal transformação ocorre a ductilidade da liga aumenta substancialmente, como foi reconhecido por Sauveur em 1924.[58] No início da década de 1930, E. Scheil[59] se dedicou a fazer as primeiras explicações de como a tensão aplicada interage com a transformação martensítica. Ao final daquela década, Günther Wassermann[60] observou o aumento inesperado da conformabilidade como consequência da transformação austenítica em uma liga Fe-Ni.

Em 1967, Zackay et al.[61] descreveram como a transformação da austenita metaestável para martensita por deformação favorece o aumento da ductilidade em aços austeníticos de alta resistência e este efeito foi chamado de *plasticidade induzida por transformação* (TRIP).

Na década de 1980 propôs-se[34] que este efeito ocorreria em aços baixa liga que possuíssem austenita retida metaestável como microconstituinte, tornando interessante monitorá-la.

Na década de 1990, diversos trabalhos[62,63] verificaram o efeito TRIP a partir da γ_r metaestável em aços multifásicos de baixa liga com Si e Mn (1 a 2,5% p.) e os chamaram de aços TRIP, ou *aços assistidos pelo efeito TRIP* (TRIP assisted-steels).

O aço estudado da referência[62] foi tratado termicamente com austenitização intercrítica, obtendo-se uma estrutura bifásica de α pró-eutetóide e austenita, seguida de resfriamento até a faixa de temperatura da transformação bainítica superior, onde ficou por algum tempo. Se este tempo for suficiente, a γ intercrítica se transforma em α°B entremeada de filmes e/ou ilhas de γ_r. Em ambas as transformações (intercrítica e isotérmica) o enriquecimento da γ se dá por partição de C, podendo ter 1,5% C, o que joga M_s abaixo da temperatura ambiente. O material deste estudo era constituído de matriz ferrítica (20 a 40% em volume), partículas de segunda fase, bainita, além de 5 a 20% de γ_r. Esta γ é enriquecida de C (1,1 a 1,7% massa). No fim, os autores concluem que a adição de Mn aumenta a quantidade de γ_r reduzindo seu C, o mesmo efeito para Nb[40] e em menor grau acontece para o Si, conforme foi dito. As ilhas de B e γ_r estão ao longo dos contornos de grão da α.

A transformação $\gamma \rightarrow \alpha$M relaxa a concentração de tensões durante a deformação plástica e isto atrasa a estricção, aumentando o alongamento.[64] A austenita sofre deformação de encruamento e energia de deformação é armazenada no empilhamento de discordâncias dentro de seus grãos. Esta energia é a força motriz para decomposição da γ. Se a estabilidade da γ for alta, a SIMT procede de maneira constante e assim pode aprimorar a conformabilidade, porque a queda brusca de ductilidade é prevenida.[64]

Quando ocorre a transformação da austenita para martensita a densidade do material diminui, elevam-se também a dureza, resistência mecânica (como no caso de crescimento de trinca por fadiga[65] e desgaste), permeabilidade magnética e polarização magnética de saturação. Para Fe-C e inoxidáveis austeníticos metaestáveis, se a transformação SIMT ocorrer na ponta da trinca, surge um estado compressivo devido à expansão que tende a impedir a sua propagação.

Em seu trabalho de 1971, CHANANI[61] comenta que a αM formada por deformação é mais efetiva no endurecimento do que a αM formada durante têmpera,

devida à fina placa ou a maior densidade de discordâncias. A placa de martensita para de crescer quando encontra outras placas, contornos de grão, sub-contornos e inclusões. Conclui que o encruamento e o alongamento foram influenciados pela SIMT. Acima de M_d (temperatura máxima acima de M_s na qual a transformação martensítica por deformação é possível) encruamento e alongamento foram muito pequenos, ocorrendo o oposto para deformações abaixo de M_d.

Sobre a transformação martensítica[66] pode-se dizer:

1) A composição química é a mesma da γ_r;
2) A transformação é acompanhada de expansão do reticulado.
3) Existe relação de orientação cristalina semi-coerente entre as fases e
4) Existe um plano de interface comum entre γ e αM, dito plano de hábito, o qual é invariante durante a transformação. No caso do ferro são: $\{111\}^{\gamma}$, $\{225\}^{\gamma}$ e $\{259\}^{\gamma}$ para baixo, médio e alto teor de C, respectivamente.

Os parâmetros de rede da austenita e da martensita variando conforme o teor de carbono estão na **Figura 7**.[67] A literatura menciona que a expansão volumétrica da transformação, de maneira geral, é próxima de 4%.[50,55,68-70] Sabe-se que durante a transformação da austenita para martensita há dilatação e esta é inversamente proporcional ao teor de C,[71] apesar de alguns trabalhos como o da referência,[70] mostrarem o contrário. Enfim, tal expansão produz tensões residuais.

Durante a deformação dos aços, a γ_r se transforma em martensita por cisalhamento do reticulado. Na nova estrutura, os átomos de carbono, nitrogênio e demais elementos de liga permanecem em solução, mas a presença de elementos intersticiais em teores acima do limite de solubilidade da fase CCC determina a sua distorção *tetragonal de corpo centrado* (TCC), na razão dos parâmetros de rede *c* e *a* da martensita.

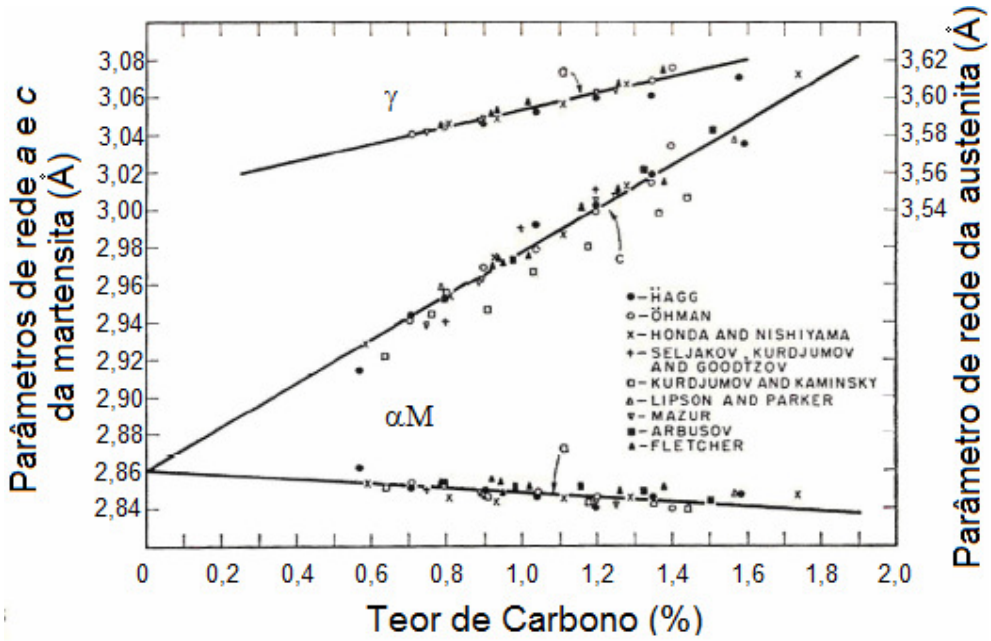


Figura 7 : Parâmetros de rede da austenita e da martensita variando conforme o teor de carbono.[67]

A respeito do trabalho de SAKUMA[36] de 1991 foi observado que a quantidade de γ_r no produto, detectada por difração de raios X, aumenta com o teor de C e varia com a deformação, conforme a **Figura 8**, a qual mostra a γ_r se transformando assim que a deformação prossegue. Nota-se que mesmo sendo pequena a quantidade de γ_r para o aço com menor teor de C, ela ainda está presente na máxima deformação verdadeira, da ordem de 0,26.

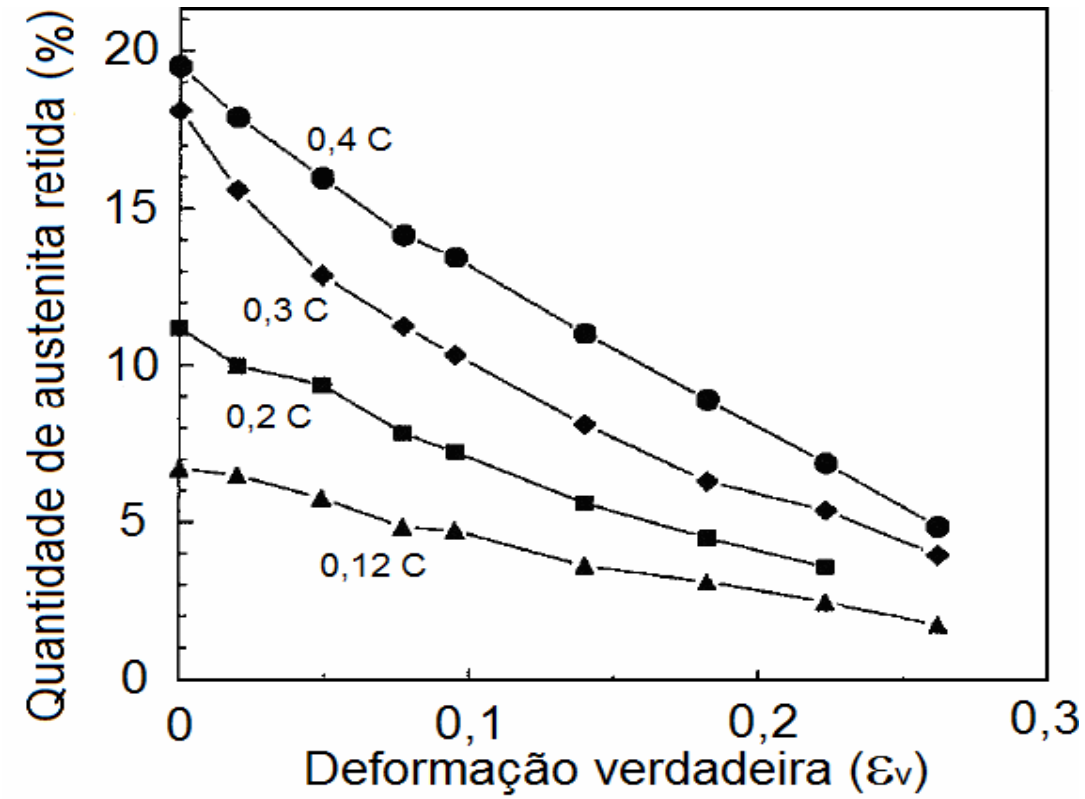


Figura 8: Transformação da $\gamma_r \rightarrow \alpha M$ em função da deformação para aços com vários teores de C.[36]

O presente estudo investiga a variação da quantidade de austenita retida pelo efeito do grau de deformação plástica imposto por laminação a frio de uma placa de 19 mm de espessura.

Existe algum debate sobre homogeneidade da deformação ao longo da espessura do material. Alguns autores[72] argumentaram a favor da ocorrência de grande gradiente de deformação, que seria concentrado na superfície, mas poucos dados são disponíveis. Como a **Figura 8** indica que a quantidade de austenita retida varia com o grau de deformação verdadeira, é importante saber se existe gradiente de deformação, que por sua vez, eventualmente afetaria a seleção do local de retirada da amostra para determinação do teor de austenita retida.

Na prática, a deformação homogênea é difícil de obter.[72] Barret em 1939 já argumentou sobre a dificuldade de previsão do comportamento do encruamento e das mudanças de orientação sob deformação devido a estas heterogeneidades.[73] Genericamente, materiais com grãos refinados tendem à distribuição mais homogênea do potencial para recristalização, porém sempre ocorrem fenômenos

como surgimento de bandas de escorregamento, de transição (que separam duas bandas de deformação), formação de subestrutura celular de discordâncias e fragmentação de grãos perante a deformação plástica.[74]

A literatura[75] aprofundou que, de maneira geral para os aços, a diferença de orientação no interior do grão é proporcional à deformação até um certo limite, estabilizando-se. Podendo ser vistas, a partir de deformações de 60%, bandas de transição de um mesmo grão com 50° de diferença de orientação.

A respeito da transformação martensítica induzida por deformação, a γ pode não ser metaestável como a do aço da atual pesquisa e deformá-la, só a faz encruar. A γ estável é encontrada em aços inoxidáveis alta liga ou fundido, aços resistentes ao desgaste (por exemplo Hadfield: Fe-12Mn-1,2C), entre outros.

2.6. DETECÇÃO DE AUSTENITA RETIDA POR POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA

Este tópico discute o método de determinação da polarização magnética de saturação (ou J máximo) e seu uso para determinar a quantidade de γ_r.

O efeito de um campo magnético externo (H_{ext}) no comportamento magnético do material é controlado pelas propriedades J e *B*, conforme a **Equação 1**, onde (J) é a *polarização magnética* e (*B*) a *indução magnética*. Este efeito é observado nas curvas de histerese e magnetização.

$$B = \mu_o \cdot H + J \quad \textbf{... (Eq. 1)}$$

O método de medição por polarização magnética pode ser usado para detectar a fração volumétrica de partículas não magnéticas da microestrutura.[76,77] Nas ligas de ferro existem fases ferromagnéticas e paramagnéticas, os materiais paramagnéticos têm J praticamente nulo, enquanto a fase ferromagnética possui polarização magnética de saturação (J_s) a qual é uma característica individual, não variando com o TG, textura, nem deformação plástica e sim, com a composição química, temperatura e estrutura cristalina. O Fe “puro” na forma alotrópica CCC, ferrita (α), possui polarização magnética de saturação (J_s), a temperatura ambiente,

igual a 2,155 T.[80] Portanto, quanto maior a quantidade de austenita como constituinte no ferro, menor o valor da polarização magnética medido.

O método de determinação da polarização magnética de saturação se baseia na aplicação de um campo magnético (H_{ext}) suficientemente alto para vencer a energia de anisotropia magnetocristalina e orientar todos os domínios magnéticos do material para uma única direção. Este método é utilizado em instrumentos como histeresígrafos e magnetômetros, os quais possuem eletroímãs idênticos e a diferença básica entre eles é o princípio de detecção da polarização magnética, sendo que no histeresígrafo o material ensaiado fica imóvel e em contato com as peças polares em um circuito fechado, implicando na obrigatoriedade de superfícies paralelas. No caso do MAV, a amostra deve ter liberdade para vibrar e seu circuito é aberto, aparecendo energia de campo desmagnetizante. Considerando que este trabalho objetiva quantificar a redução do teor de austenita por deformação plástica, é necessário garantir a medida de saturação com um erro menor que 1%, já que busca-se detectar a quantidade de fase CFC paramagnética que inicialmente é de apenas 3,4% em volume, medida por GONZALEZ.[6]

CHIKAZUMI[79] indica que é possível melhorar a determinação usando o método da "aproximação da saturação", que supõe que o material atinja a saturação seguindo uma **equação** do tipo:

$$J = J_s \cdot (1 - a/H - b/H^2 - ...) \quad \textbf{... (Eq. 2)}$$

Onde: J é a polarização magnética, J_s é polarização magnética de saturação e H é o campo magnético. Os parâmetros "a" (Ampere/ metro) e "b" (Ampere^2/ metro^2) são positivos e se referem aos efeitos de inclusão, vazios, microtensões e efeitos pontuais, e anisotropia cristalina, respectivamente. Isto permite uma aproximação gráfica, J em função de H^{-1}, assumindo apenas os dois primeiros termos da série, portanto: $J = J_s \cdot (1 - a/H)$.

A **Figura 9a**[80] mostra a diferença da polarização de saturação em função do teor de C para ligas Fe-C recozidas e ligas temperadas de 850°C. A **Figura 9b**,[62] outro trabalho, mostra a temperatura de revenimento que foi necessária para a decomposição da austenita retida de aços com composição química e temperatura intercrítica conforme **Tabela 4.**

Tabela 4: Composição química e temperatura intercrítica dos aços DP assistidos por TRIP estudados da Figura 9b.[62]

Elemento	C	Si	Mn	P	S	Al	O	N	T1
Aço				(% massa)					(°C)
A	0,21	1,51	1,00	0,015	0,0013	0,041	0,001	0,0017	800
B	0,20	1,50	1,50	0,015	0,0012	0,041	0,001	0,0027	780
C	0,20	1,49	1,99	0,015	0,0015	0,039	0,002	0,0017	820

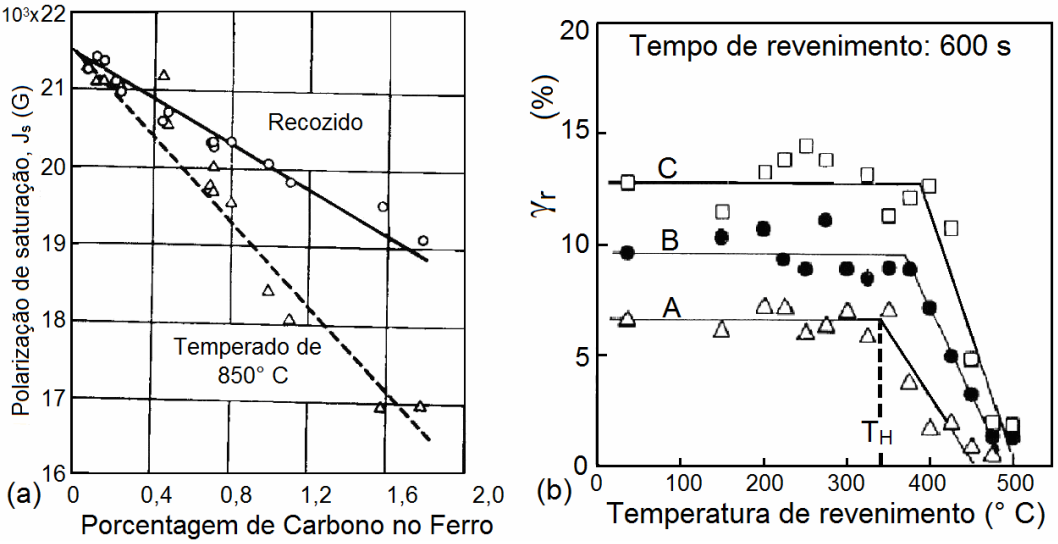


Figura 9: Em (a)[80] mostra-se a diferença da indução de saturação em função do teor de C para ligas Fe-C recozidas e ligas temperadas de 850°C. Em (b)[62] mostra-se a temperatura de revenimento (T_H) necessária para iniciar a decomposição da γ_r para B.

Quando se usa este método para determinação da fração volumétrica de fases não magnéticas é comum[6,81] ao invés de determinar o valor da saturação magnética por extrapolação, utilizar o valor de polarização a um campo bem alto, da ordem de 800.000 a 1.600.000 Am^{-1} (10 a 20 kOe) e fazer uma avaliação comparativa.

A fórmula usada para determinação da porcentagem de austenita retida está apresentada abaixo, na **equação 3**.

$$\%\gamma_r = 100 \cdot (1 - J_s/J_{s\,máx}) \quad \textbf{... (Eq. 3)}$$

Onde J_s é o valor da amostra com fases não magnéticas, no caso, é para a amostra como recebida e $J_{s\,máx}$ é o maior valor medido, a média de uma série, devendo ser maior em função da transformação da austenita para martensita, ou por

deformação ou por tratamento térmico. BERTI[81] e GONZALEZ[6] determinaram a fração volumétrica de austenita por este método e obtiveram, respectivamente, 5 e 3,4%. O aço do primeiro autor era um ABNT 4340 e do último o mesmo da atual pesquisa. Os valores de J_s encontrados por GONZALEZ[6] utilizando um **histeresígrafo** foram de 1,99 T para amostra como recebida e 2,06 T para as amostras tratadas termicamente a 300°C/ 2 h, chamado por ele de J_s máximo, daí o valor 3,4% de γ_r quando substituídos na equação 3.

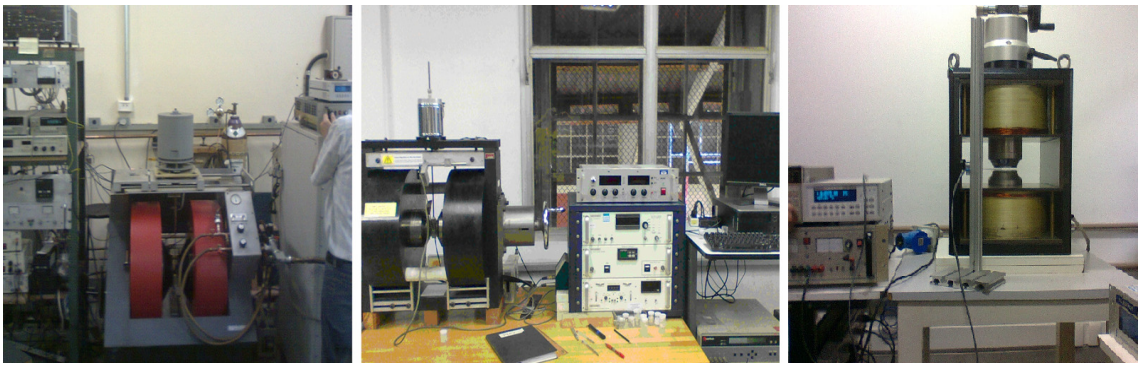


Figura 10: À esquerda e no centro *Magnetômetro de amostra vibrante* (MAV) do Laboratório de Materiais Magnéticos no IF – USP e do IPT, respectivamente. À direita histeresígrafo do IPT, ambos os instrumentos são capazes de imergir a amostra em campos elevados a fim de saturá-la.

O MAV ou VSM ("Vibrating Sample Magnetometer") visto na **Figura 10** foi inventado em 1955 por Simon Foner no Lincoln Laboratory do MIT[82,83]. É considerado simples, versátil e de alta sensibilidade (Detecta 10^{-5} a 10^{-6} emu de mudança). Permite medição de materiais com baixa magnetização.

A medida magnética é feita na bobina captadora, sensora ou de detecção através da mudança do fluxo quando o H_{ext}, posição da bobina ou posição da amostra são variados. Uma das dificuldades na época de sua criação foi manter o H_{ext} uniforme.

A **Figura 11** mostra uma representação do sistema. A amostra é sustentada na extremidade de uma haste de material paramagnético ou diamagnético (lucite ou cobre) pelo porta-amostra, de PVC no caso, enquanto a outra extremidade é fixada no transdutor. A amostra vibra com frequência de 83 Hz e amplitude constante de 0,1 mm perpendicular ao H_{ext}, aplicado por um eletroímã capaz de gerar um campo H = 1,6 MA/m (20 kOe), sendo este medido por uma sonda de efeito Hall ligada a

um gaussímetro. Um conjunto de bobinas sensoras está disposto próximo à amostra, de modo que a variação de fluxo magnético provocado pela variação da posição da amostra induza uma tensão alternada, cujo valor é enviado a um computador responsável pela aquisição e armazenamento.

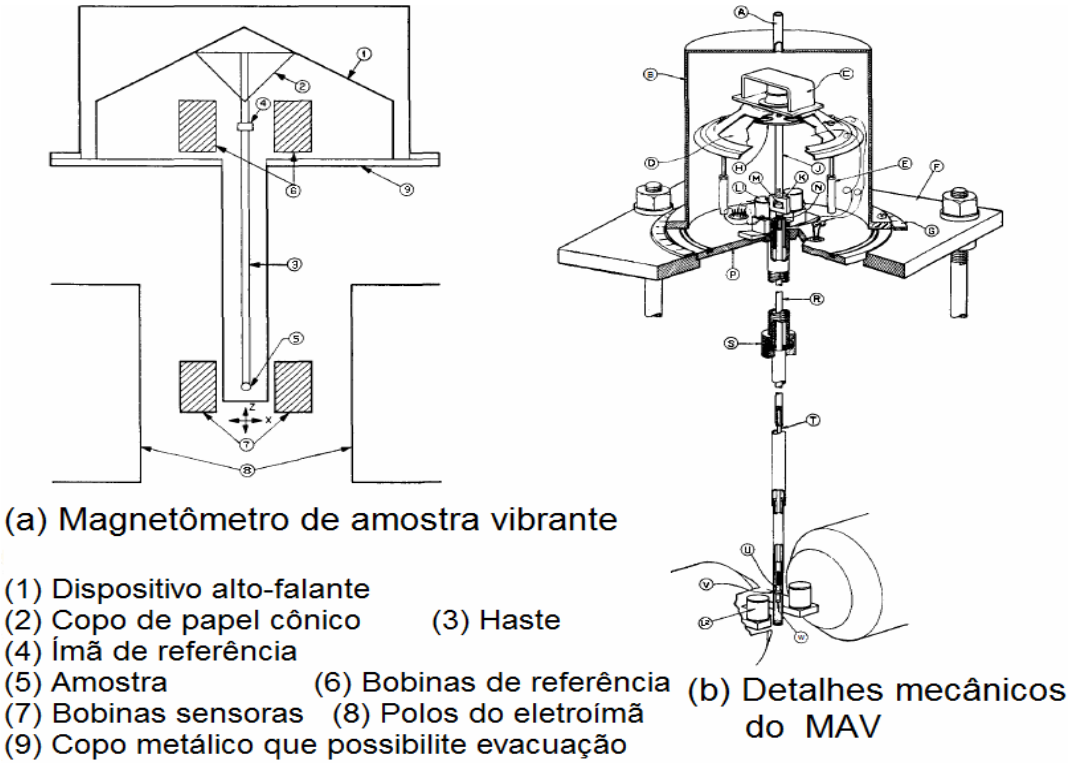


Figura 11: Vista em corte do MAV.[82,83] Em (a) vista frontal e em (b) a perspectiva.

Na **Figura 11**, tem-se: (1) Dispositivo tipo alto-falante, usado para vibrar a amostra, preso a ele está a haste (3) que o liga a amostra (5). A haste (3) é presa em um copo de papel (2) cônico, o qual está rigidamente unido ao cone do alto-falante. Um pequeno imã (4) está preso à haste para fornecer um sinal de referência. A amostra é vibrada na direção perpendicular ao H_{ext} e o campo magnético oscilante proveniente da amostra vibrando, induz tensões na bobina sensora (7), sendo proporcional ao momento magnético da amostra (m´). O par de bobinas opostas (7) está orientado com seus eixos paralelos a direção de vibração (z). Um oscilador é usado para controlar o alto-falante, auxiliam a detecção um amplificador de banda estreita e osciloscópio.

Assumindo a distância fixa entre as bobinas, o procedimento a seguir é para fazer a magnitude da tensão induzida insensível para a posição exata da amostra.

Esta é centralizada entre as bobinas por inspeção visual para ficar paralela ao H_{ext}. A haste é então rotacionada em “z” para máximo sinal de saída (assim o sinal se torna insensível a pequenas rotações das bobinas neste eixo). Depois são movidas em “x” para mínimo sinal e “y” (perpendicular ao plano do papel) para máximo sinal. O MAV agora está insensível a pequenas mudanças na posição da amostra nestas três direções, este ponto é chamado de ponto de sela (“saddle point”, visto na **Figura 12**). Assim, o sinal de saída é exclusivo do deslocamento intencional da amostra. A extensão desta insensibilidade é função das dimensões das bobinas. Um procedimento parecido é usado para alinhar as bobinas (6) com respeito ao imã de referência (4).

Uma parte do sinal da amostra de referência é em fase para equilibrar o sinal da amostra e o sinal diferente é enviado através do amplificador ligado ao osciloscópio (usado como detector de nulo). Desta forma, mudanças da amplitude de vibração, forma da onda ou ganho amplificado são eliminados. Os efeitos de instabilidade do H_{ext} são minimizados pela conexão das bobinas em oposição.

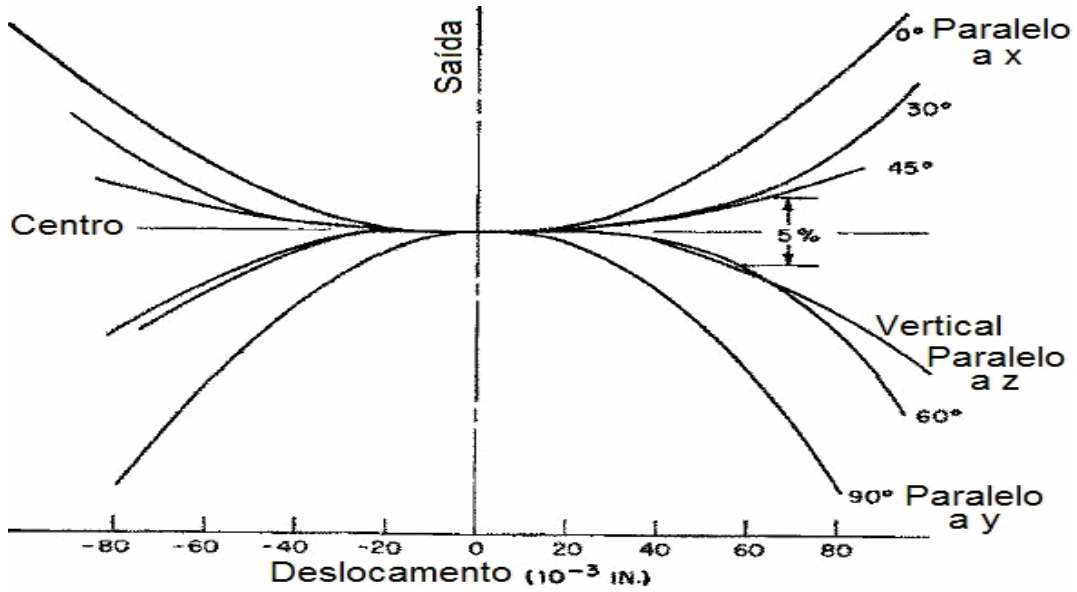


Figura 12: Ponto de menor interfência vibracional da amostra possível, dito sela. [82,83]

O MAV deve ser calibrado substituindo a amostra por um material conhecido. O método mais conveniente de calibração é usar uma pequena amostra padrão como referência de comparação. Uma amostra de Ni puro, cujo momento magnético

a 10 kOe é conhecido (0,6115 T) é usado. Este elemento é quimicamente estável, facilmente disponível em alta pureza e é pouco sensível à temperatura. O momento magnético da amostra é proporcional à tensão elétrica do sensor e é independente da amplitude de vibração e da frequência. As principais fontes de erro das medidas envolvem a calibração do medidor de tensão e da amostra de comparação padrão.

A precisão absoluta do MAV depende do momento magnético e da massa da amostra padrão de calibração e reprodutibilidade de posicionamento da amostra. O erro total pode ser menor do que 0,5%.

Em paralelo com a calibração, as amostras devem ter suas massas medidas e depois serem inseridas no porta-amostra. O momento magnético por grama é o resultado calculado. A amostra é posta no instrumento, medida e retirada em menos de 15 minutos.

O campo de saturação medido não fornece a γ_r diretamente, devendo ser comparada com o valor medido em uma amostra sem γ e com composição idêntica.

A curva de magnetização J x H é medida pelo MAV. Se uma pequena amostra for vibrada com freqüência (f), a tensão induzida (V_{bob}) na bobina será:

$$V_{bob} = m'.G.A.2.\pi.f.\cos(2.\pi.f.t)$$

Através de V_{bob} se obtém o que interessa, o momento magnético (m´) da amostra, substituindo *G* que é função da geometria da bobina sensora, *A* como a amplitude da vibração e *t*, o tempo. Por sua vez, através do momento magnético dividido pelo volume de material, calcula-se sua magnetização e polarização magnética (J), sucessivamente.

2.7. DENSIDADE HIDROSTÁTICA

Este tópico discute a determinação da densidade de massa pelo método da densidade hidrostática (ou Arquimedes) e seu uso para determinar a quantidade de γ_r.

No trabalho de C. L. Magee e R. G. Davies[70] foi investigado o fenômeno da transformação da austenita para martensita ($\gamma \rightarrow \alpha M$) em relação à variação de

volume característico desta transformação, concluíram que a dilatação é entre 3 e 4%, diretamente proporcional ao teor de carbono e é a maior responsável por parte da tensão residual devido à têmpera de aços.

Como já dito, parte da literatura prevê que a transformação de γ para αM ocorra com expansão volumétrica de aproximadamente 4% (ΔV = + 4%). De posse dos parâmetros de rede da austenita (3,5848 Å)[67] e da martensita (a = 2,8496 Å e c = 2,9534 Å)[67] substituídos na equação de densidade teórica abaixo, encontra-se respectivamente, 8,05 g/ cm^3 e 7,73 g/ cm^3. Neste caso, ΔV = 4% (Fe - 0,8% C).

$$\rho = n_{at} \cdot M / V_c \cdot N_A$$

Onde ρ é a densidade, n_{at} é o número de átomos por célula, M é a massa molecular do ferro, V_c é o volume da célula e N_A o número de Avogadro.

Contando que o material tenha inicialmente 3,4% de γ_r e que esta região se expanda 4% na transformação, espera-se uma expansão volumétrica de 0,034 * 0,04 = 0,00136, ou seja, 0,14%. Se for possível determinar a densidade com incerteza menor que 0,05% a transformação por meio da medida de densidade poderá ser observada.

A determinação da *densidade da amostra* ($\rho_{amostra}$) pelo método hidrostático utiliza a **equação 4**, abaixo:

$$\rho_{amostra} = [m_s / (m_s - m_{im})] \cdot \rho_{H2O} \text{ ... } \textbf{(Eq. 4)}$$

Onde m_s é o valor medido da massa seca, m_{im} é o valor da massa imersa e ρ_{H2O} é a densidade da água na temperatura do ensaio.

2.8. DIFRAÇÃO DE RAIOS X

A difração de raios X executada tem o propósito de confirmar, e possivelmente acompanhar, a transformação da austenita do constituinte AM. Mas por se tratar de pequenas frações volumétricas é possível que os picos de difração sejam confundidos com a radiação de fundo. Porém, no trabalho de BERTI[81] havia 5% de austenita retida em seu aço e a detecção por difração de raios X foi possível.

Informações adicionais como a do parâmetro de rede da ferrita serão úteis para estimativas teóricas de J e através do parâmetro de rede da austenita será possível estimar seu teor de carbono e sua expansão.

3. MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

3.1. MATERIAL

O aço estudado foi fabricado pela USIMINAS em 2006, a solidificação foi realizada através de lingotamento contínuo de onde foram obtidas placas grossas que foram reaquecidas (1250°C/ 250 min) em um forno "walking beam"[84] e foram laminadas TMCR (conforme descrito no item 2.3) até a espessura de 19 mm. O processo TMCR compreendeu forno a 1170 ~ 1250°C para solubilização, a laminação de desbaste ocorreu na região de recristalização da γ, acima da temperatura de não recristalização (T_{nr}), 1100 ~ 1050°C. A laminação de acabamento é na região bifásica e abaixo de T_{nr}, inicia-se em 740 ~ 710°C encerrando-se entre 690 ~ 680°C.

O produto final foi este aço ARBL classe API 5L X80, contendo microestruturas de α_p, α_q, α granular refinada, além de colônias de B alotriomórfica acompanhadas de ilhas de constituinte AM.[6]

O aço com composição química apresentada na **Tabela 5** foi gentilmente doado pela siderúrgica USIMINAS já como chapa de 1500 x 500 x 19 mm, como mostrado a seguir na **Figura 13**.

Tabela 5: Composição química e outros parâmetros[6] do aço classe API 5L X80 produzido pela USIMINAS. Elementos e abaixo sua quantidade em *porcentagem peso*. À direita, CE = quantidade de carbono equivalente, TG, LE e LR.

Fe	***C***	***Si***	***Mn***	***Nb + Ti + V***		***Cr***	***CE***	***LE (MPa)***
97,277	0,068	0,193	1,830	0,104		0,189	***0,197***	***562***
Co	***Al***	***P***	***S***	***Cu***	***Ni***	***Mo***	***TG (µm)***	***LR (MPa)***
0,019	0,024	0,019	0,003	0,012	0,017	0,245	***5,1***	***722***

3.2. CONDIÇÕES E ANÁLISES FEITAS

Da chapa recebida extraiu-se uma tira de 500 x 30 x 18,7 mm, **Figura 13**, com intuito de realizar tratamentos térmicos ou laminações, medindo em todos os casos a dureza, densidade hidrostática, difração de raios X e polarização magnética.

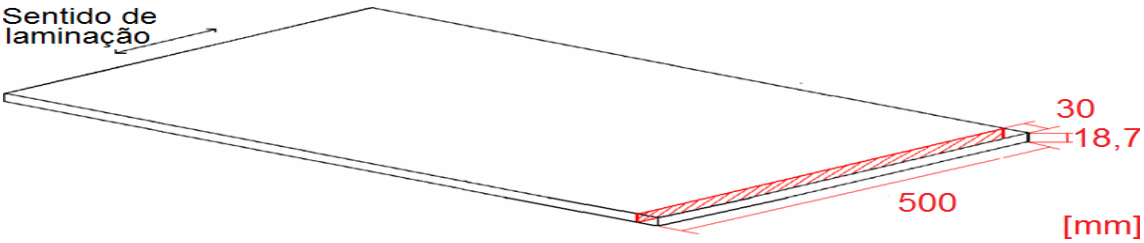


Figura 13: A chapa doada, de composição conforme a Tabela 5, com dimensões de 1500 x 500 x 19 mm. Na extremidade a tira extraída para os vários ensaios. A tira tem dimensões de 500 x 30 x 18,7 mm e o corte feito na direção de laminação.

3.2.1. Deformação de laminação

A laminação da tira de aço X80 foi feita no laminador do Centro Universitário da FEI - SBC, um duo-reversível, marca Mangels, de cilindros com ϕ 197 mm. A tira inicialmente possuía 500 mm de comprimento. Um segmento de 100 mm foi extraído para ser a amostra controle mantida no estado como recebido, e para este estudo terá deformação considerada nula. A este controle foi dada a classificação de amostra 0%, onde o número significa a redução de área sofrida nesta laminação a frio na FEI. Os 400 mm restantes foram laminados de 5 em 5% até 20% de redução de área, e a cada 5% de deformação um pedaço da tira era extraído. Portanto, tem-se praticamente 100 mm de material para cada estado, 0, 5, 10, 15 e 20% deformadas. A **Tabela 6** mostra a espessura final de cada amostra.

Tabela 6: Amostras como recebida (0%) e deformadas, ao lado a espessura após a laminação.

Amostra	Espessura (mm)
0	18,70
5	17,70
10	16,77
15	15,86
20	14,96

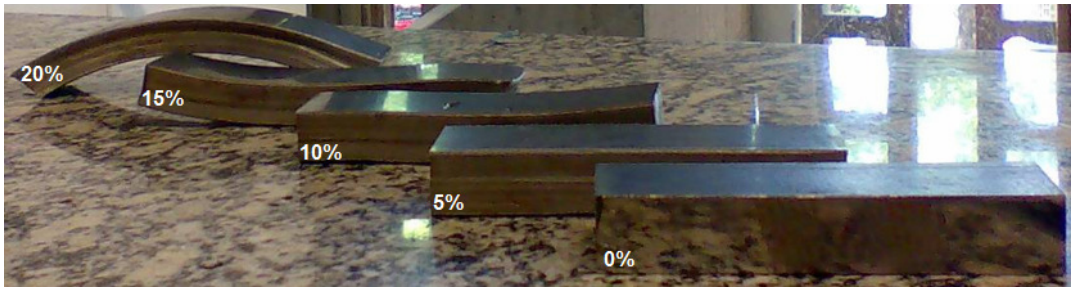


Figura 14: Tiras laminadas e cortadas, medindo 100 mm aproximadamente cada. Partindo do plano da foto tem-se a amostra 0% (o controle), seguida da 5% deformada, 10% e assim sucessivamente.

3.2.2. Extração das amostras

Foram retirados paralelepípedos de cada laminação, retirados através de corte por disco abrasivo (**Figura 15)** e destes, duas alternativas foram tomadas, alguns foram usinados como cilindros (ϕ 10 x 10 mm) e outros tiveram agulhas de 1 x 1 x 5 mm retiradas por corte com disco diamantado (**Figura 16**) no sentido de laminação, para medir a polarização magnética pelo MAV. Cortou-se discos delgados para a difração de raios X, provenientes dos cilindros usinados, que por sua vez, foram feitos para analisar a polarização magnética pelo histeresígrafo e a densidade mássica para cada estado de encruamento / tratamento, comparando-os com o estado como recebido, na tentativa de acompanhar a tranformação da austenita, comparar os métodos e instrumentos, conforme resume a **Tabela 7**. Os cilindros foram usinados no Departamento de Engenharia dos Materiais da Escola Politécnica da USP. Foi visado o centro da chapa na extração das amostras e as agulhas tiveram seu comprimento paralelo à direção de laminação da chapa.

Tabela 7: Forma, dimensões e métodos utilizados para medir a polarização, difração e densidade das amostras de aço X80.

Amostra	**Agulhas**	**Cilindros**		
Dimensões (mm)	1 x 1 x 5	ϕ 10 x 10		
Método	MAV	Histeresígrafo	Difração de raios X	Densidade

Figura 15: Cada amostra teve um paralelepípedo extraído através de corte por disco abrasivo ("Cut off").

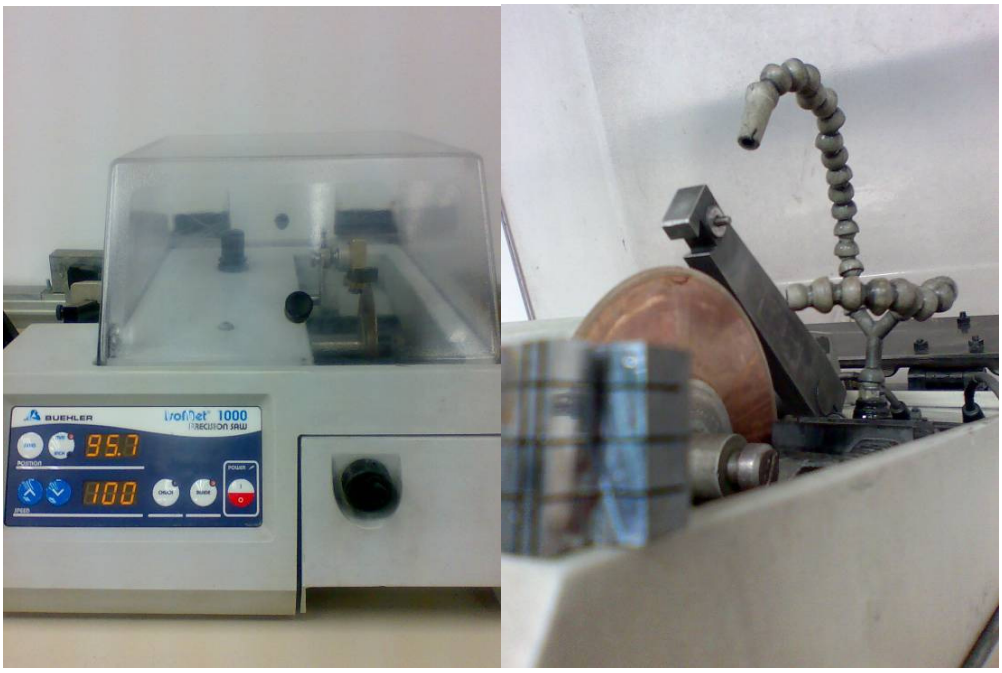


Figura 16: À esquerda, cedida pelo IPT a Isomet 1000 em operação. À direita, cubo em primeiro plano e as agulhas prestes a serem cortadas por disco diamantado. No caso, é o controle, amostra 0%. Ao fundo tem-se a isomet 2000 do departamento PMT - USP.

3.2.3. Dureza

Para as medições de dureza foi usado o penetrador Vickers, a dureza da superfície da chapa como recebida foi realizada usando-se o durômetro Otto Wolpert-Werke do laboratório do PMT-USP, com carga de 10 kgf. Além disso, para acrescentar à discussão de se a deformação é hetrogênea ou homogênea, realizou-se um perfil através de microdureza para as amostras como recebida e deformadas, feito com o microdurômetro eletromecânico do departamento marca ZWICK & CO com massa de 300 gramas e indentador piramidal, após prévia preparação metalográfica padrão, ou seja, após as etapas de lixamento (grana 220 até 2500) e três etapas de polimento (6 a 1 µm) com diamante.

O perfil contou com 18 indentações espaçadas 0,5 a 1 mm entre as superfícies, repetidas oito vezes para se ter uma dureza média ao longo da espessura de cada amostra, conforme o **ANEXO A**. A dureza Vickers foi obtida multiplicando uma constante pela carga usada, dividido pelas diagonais médias ao quadrado da marca piramidal fotografada.

Também objetivando estudar possíveis gradientes de deformação fez-se a análise metalográfica padrão, com um microscópio OLYMPUS BX60M, com câmera Altra 20 e software de sistemas de imagem GETIT.

3.2.4. Densidade hidrostática

Para o cálculo da densidade de massa usou-se o método hidrostático (**ANEXO B**), necessitando de uma balança analítica de incerteza mínima de ± 0,0001 g., no caso METTLER TOLEDO e o kit de densidade OHAUS, conforme **Figura 17**. O procedimento começou com limpeza das amostras e porta amostra com álcool, para posterior medida das massas seca e imersa em água. A medida é feita imergindo o material suspenso por um fio porta amostra (com massa tarada pela balança), amarrado em um dispositivo ligado ao prato da balança. São necessárias três repetições no mínimo, de cada medida. A amostra não deve tocar no béquer ou no termômetro e deve ficar inteira imersa. Não deve ter bolhas de ar

sobre as superfícies imersas, pois estas alteram o volume. A densidade será calculada dividindo-se a massa do material seco pela diferença das massas seca e imersa, isto tudo multiplicado pela densidade da água na temperatura do ensaio, conforme **equação 4** (item 2.7). Do princípio de Arquimedes, o empuxo que está submetido o material é igual à massa do volume de água deslocado, sendo que este volume é o do material. As amostras medidas foram os cilindros, estes têm dimensões típicas de ϕ 10 x 10 mm e massa típica de 6,3 g. Cada medida foi repetida no mínimo seis vezes.

Figura 17: Balança e kit de densidade hidrostática.

3.2.5. Polarização magnética

A técnica de polarização magnética foi realizada por meio de curvas de magnetização (**ANEXO C**) medidas por dois métodos diferentes:

1) Em histeresígrafo e,

2) *Magnetômetro de amostra vibrante* (MAV).

A medida da curva de magnetização em histeresígrafo foi feita no *Instituto de Pesquisas Tecnológicas* (IPT), foram utilizados os cilindros (ϕ 10 x 10 mm), seis no total, um como recebido, um para cada deformação e um revenido por GONZALEZ[6] a 300°C/ 2 horas, submetidos a campos máximos de 1,6 MAm^{-1} através de um histeresígrafo IS-300, com eletroimã e integradores digitais alimentados por um amplificador de transcondutância Valha Scientific 2555. Este equipamento possui erro menor que 0,5%.

A medida da curva de magnetização em magnetômetro de amostra vibrante foi feita em dois instrumentos diferentes (conforme mostra a **Figura 10**): 1) No laboratório de Metalurgia e Materiais Cerâmicos do IPT, em um instrumento marca Globalmag, com eletroímã KJS, e 2) No Departamento de materiais magnéticos do Instituto de Física da USP, em um instrumento modelo 4500, com eletroímã Walker modelo HR8. A bobina sonda de efeito Hall ligada a um gaussímetro Lakeshore modelo 450 enviam dados para o computador.

Pelo MAV medem-se agulhas de 1 x 1 x 5 mm, aproximadamente. As dimensões não são críticas, pois o que interessa é a massa de cada amostra. As massas foram medidas com auxílio de balança analítica com incerteza mínima de ± 0,0001 g., METTLER TOLEDO.

Para o ensaio com os MAV´s no total foram feitas trinta e seis medidas utilizando as agulhas (1 x 1 x 5 mm) extraídas das amostras no estado como recebido, em quatro condições de deformação, revenido 300°C por duas horas, a -196°C / 4 h e como recebida por GONZALEZ.[6]

Utilizou-se o procedimento indicado pelo manual de instalação, operação e serviço do equipamento com refrigeração a água. O MAV mede o momento magnético ($A.m^2$) da amostra, que dada a massa permite o cálculo da magnetização específica ($A.m^2/kg$), que dada a densidade permite o cálculo da magnetização (A/m) e a polarização magnética J (T). Após calibrar o MAV, introduz-se a amostra que se queira medir a magnetização entre as duas bobinas, estas irão gerar um H direcional e crescente até um valor suficiente para saturar a amostra, ou seja, até criar um monodomínio magnético que supere a energia de anisotropia magnetocristalina, tornando os momentos magnéticos do material paralelos ao H

aplicado (H_{ext}). Para aí então se inverter o H até novamente saturar, coletando uma resposta pertinente a $-H_{ext}$.

3.2.6. Difração de raios X

A difração de raios X foi realizada para investigar a microestrutura do material nas condições como recebido, deformado ou tratado termicamente, relacionando os resultados com a austenita retida do AM medida magneticamente e por densidade.

As amostras para o ensaio foram os discos delgados de espessura igual a 2 mm e diâmetro máximo de 20 mm, o centro do disco trata-se do centro da chapa. Os mesmos foram lixados e polidos, de forma eletrolítica com ácido perclórico, visando eliminar / evitar o encruamento superficial. Tensão de 25 V por aproximadamente 7 segundos, corrente entre 30 e 40 A.

A análise foi realizada em difratômetro de raios X, marca SHIMADZU modelo XRD – 7000 Maxima, do Centro Universitário FEI – SBC, conforme a **Figura 18** abaixo.

Figura 18: Difratômetro da FEI em funcionamento, buscando detectar as frações de austenita retida de cada amostra.

As medidas foram realizadas com radiação Cu-Kα, utilizando corrente de filamento de 30 mA e tensão de 30 kV. A difração foi conduzida com varrição

contínua variando 2θ a cada 0,02°, desde 30 a 120°, com velocidade de 1,5° / min. O difratograma foi analisado com o programa próprio da Shimadzu.

3.2.7. Tratamentos térmicos

O revenimento e sub-zero devem transformar a austenita em seus produtos, aumentando assim o valor de polarização magnética de saturação. Através da **equação 3** será possível determinar a sua quantidade inicial.

3.2.7.1. Revenimento

A amostra que teve sua austenita retida transformada por tratamento térmico de revenimento tem base no que foi descrito na literatura,[6,17,81] como sendo sob tratamento a 300°C por duas horas, podendo ser 400°C durante uma hora. O revenimento foi realizado em um forno Mufla a 300°C/ 2 h e resfriamento ao ar, com o propósito de transformar a austenita presente como constituinte AM e assim obter os maiores valores de polarização J. Através da comparação será possível determinar a quantidade de γ_r no aço API X80 inicialmente. No caso destas amostras, elas foram medidas apenas nos MAV´s. A amostra ensaiada no histeresígrafo foi revenida da mesma maneira, mas cedida por GONZALEZ[6] como cilindro.

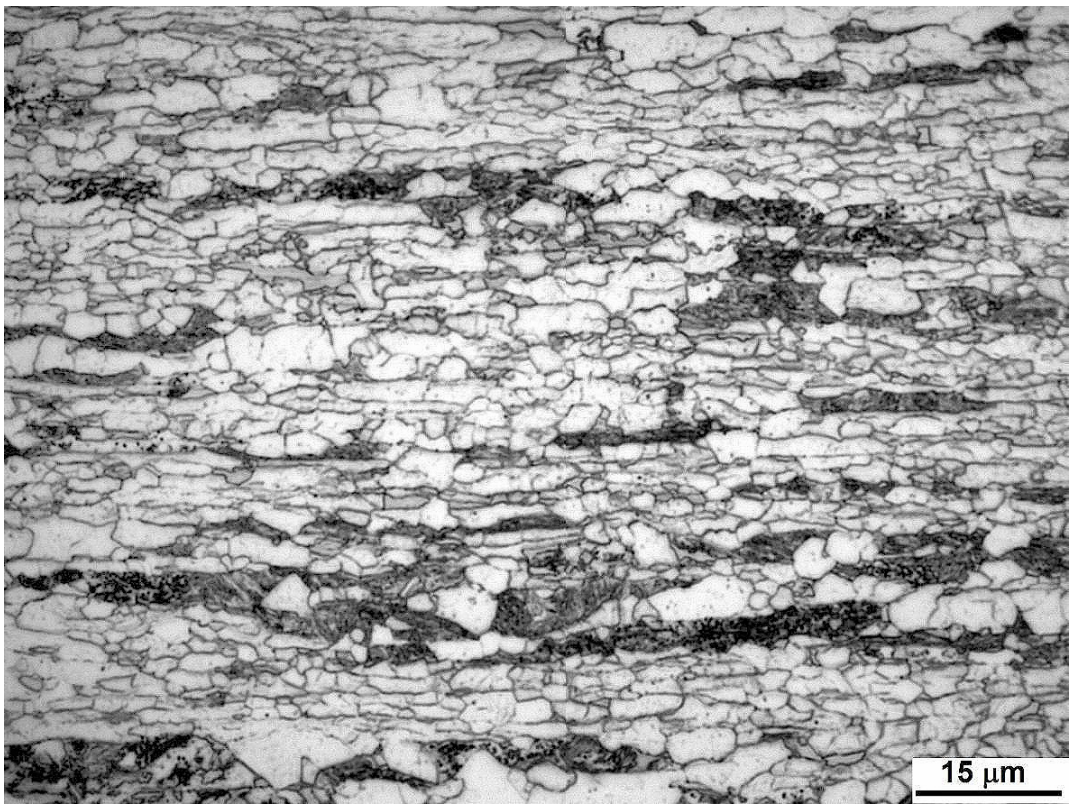
3.2.7.2. Sub-zero

Este tratamento foi feito em nitrogênio líquido, ou seja, a –196°C/ 4 h, com o intuito de ultrapassar a temperatura M_f deste aço, assim transformando a γ_r presente e obtendo maiores valores de J, para determinar através da **equação 3** a quantidade de γ_r no API X80 inicialmente.

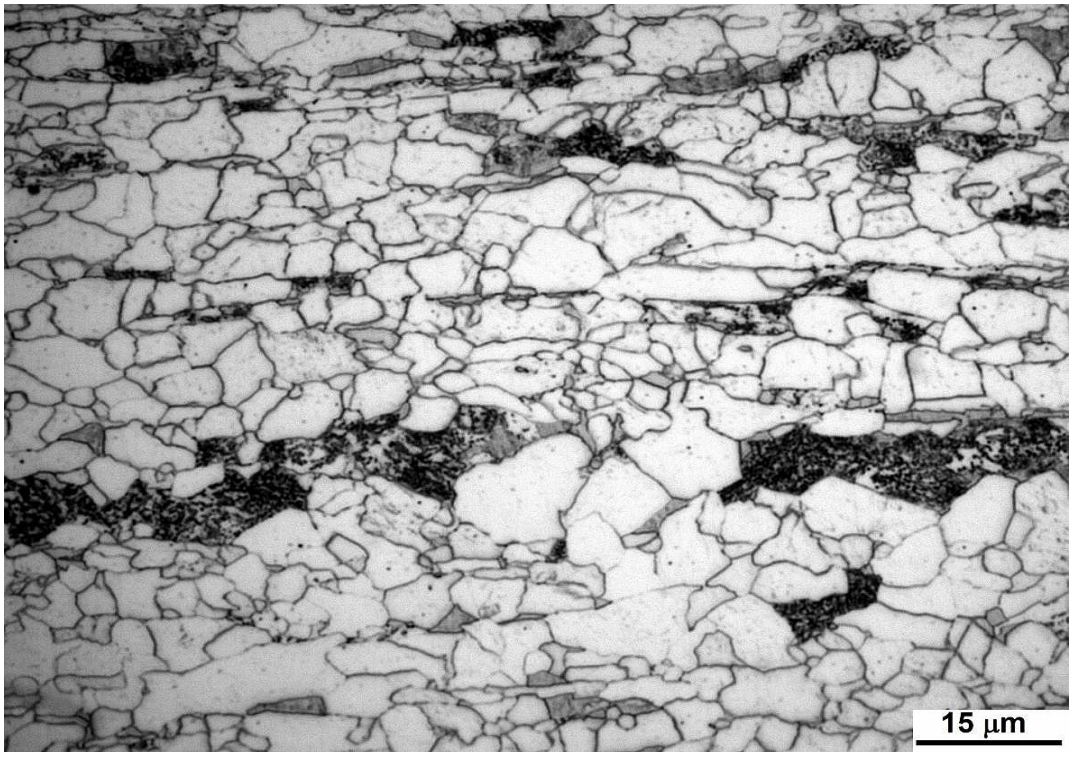
4. RESULTADOS

4.1. DUREZA, MICROSCOPIA ÓPTICA E ELETRÔNICA DAS AMOSTRAS COMO RECEBIDA E DEFORMADAS

Foi observado pelo *microscópio óptico* (MO) (e também é possível ver nas micrografias da **Figura 19** a **Figura 23**) que próximo às superfícies os grãos de ferrita possuem redução no TG em relação ao centro da chapa. A dureza superficial do X80 como recebido é por volta de 240 HV, enquanto no centro é de 220 HV. É possível acompanhar o gradual achatamento dos grãos produzido a cada deformação através das micrografias do X80 com 1.000X de aumento. Onde, branco é ferrita e mais atacado de Nital 3% (escuro) são os agregados eutetóides e martensita. Observa-se na **Figura 24** amostra como recebida atacada com Klemm, onde azul é ferrita, preto ou marrom martensita e branco austenita retida e AM. A **Figura 25** e a **Figura 26** mostram a amostra controle observada por MEV - FEG com 10.000x e ampliação de 50.000x, respectivamente. As setas indicam o que seria o constituinte AM, tipicamente presente nestes aços.

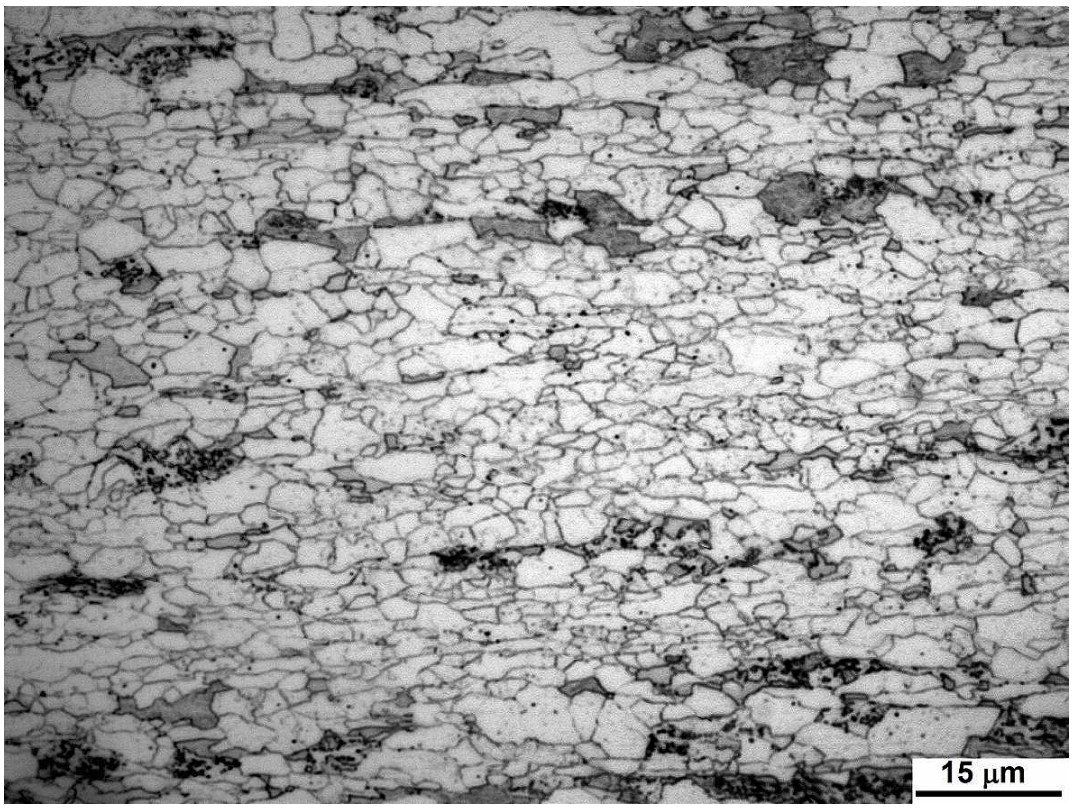


(a) 0% superfície.

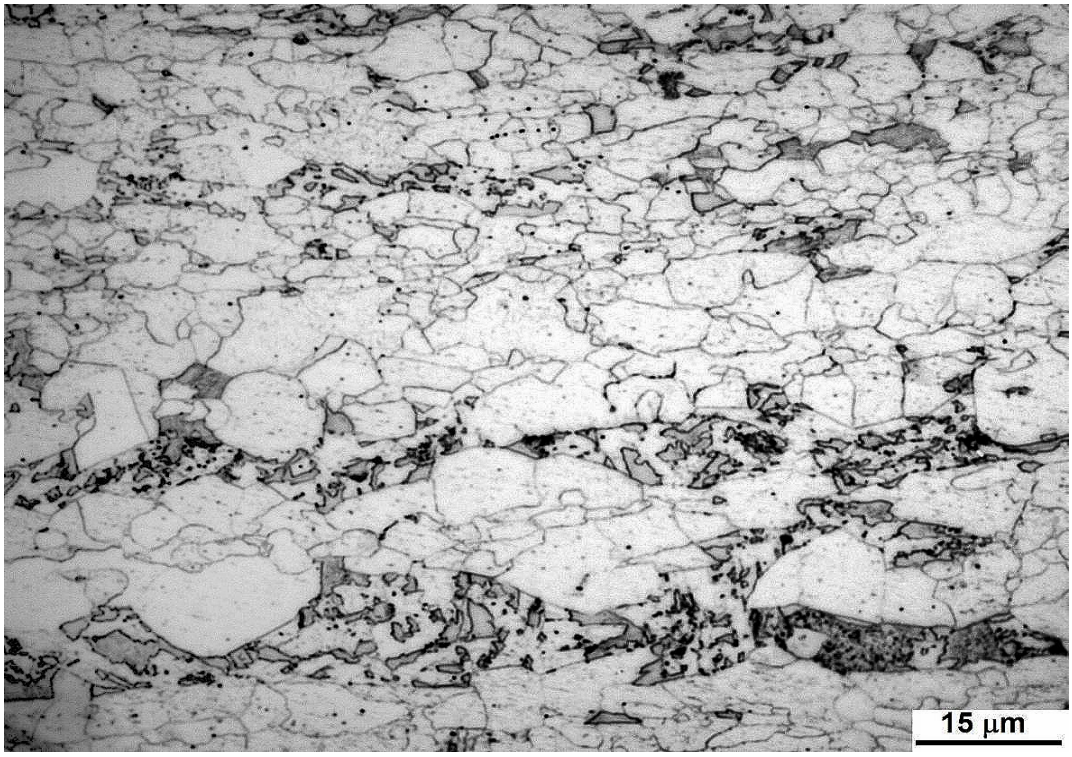


(b) 0% centro.

Figura 19: Amostra 0% deformada (o controle), em (a) superfície e em (b) centro.

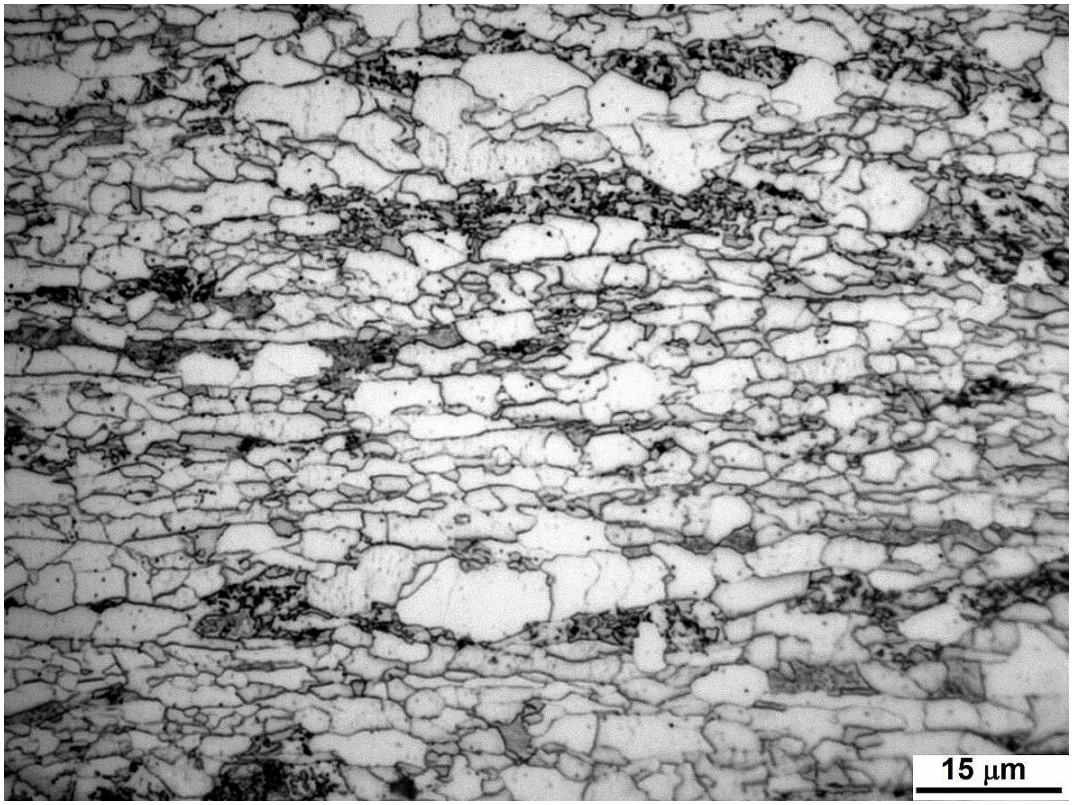


(a) 5% superfície.

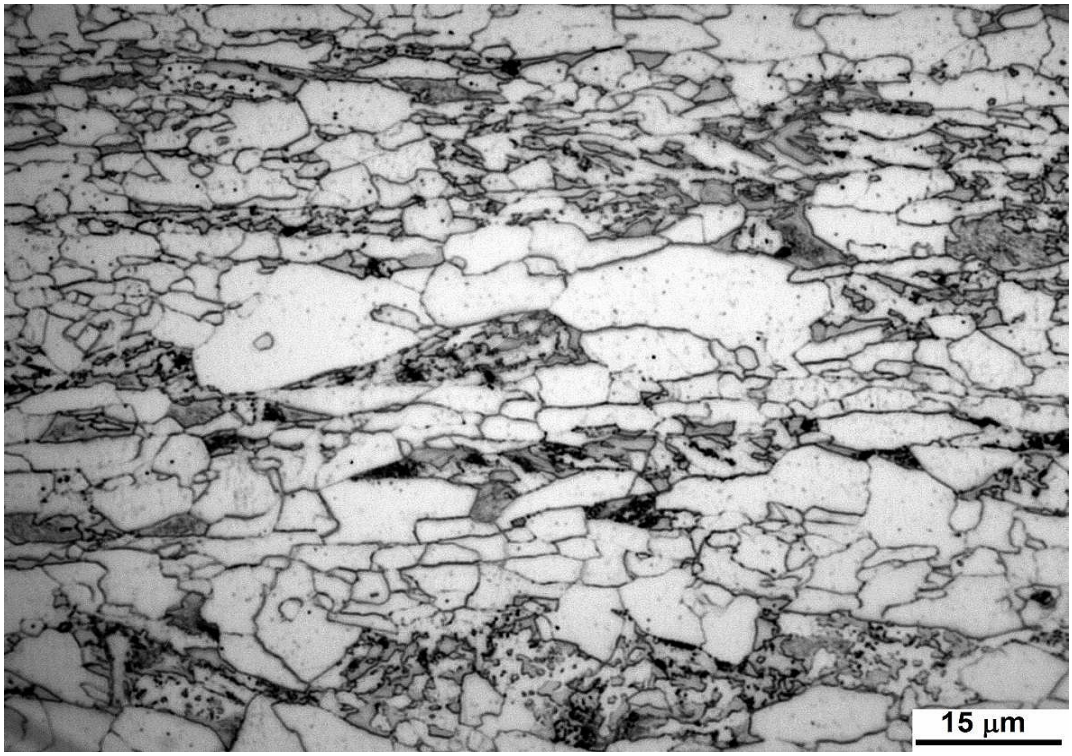


(b) 5% centro.

Figura 20: Amostra 5% deformada, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital.

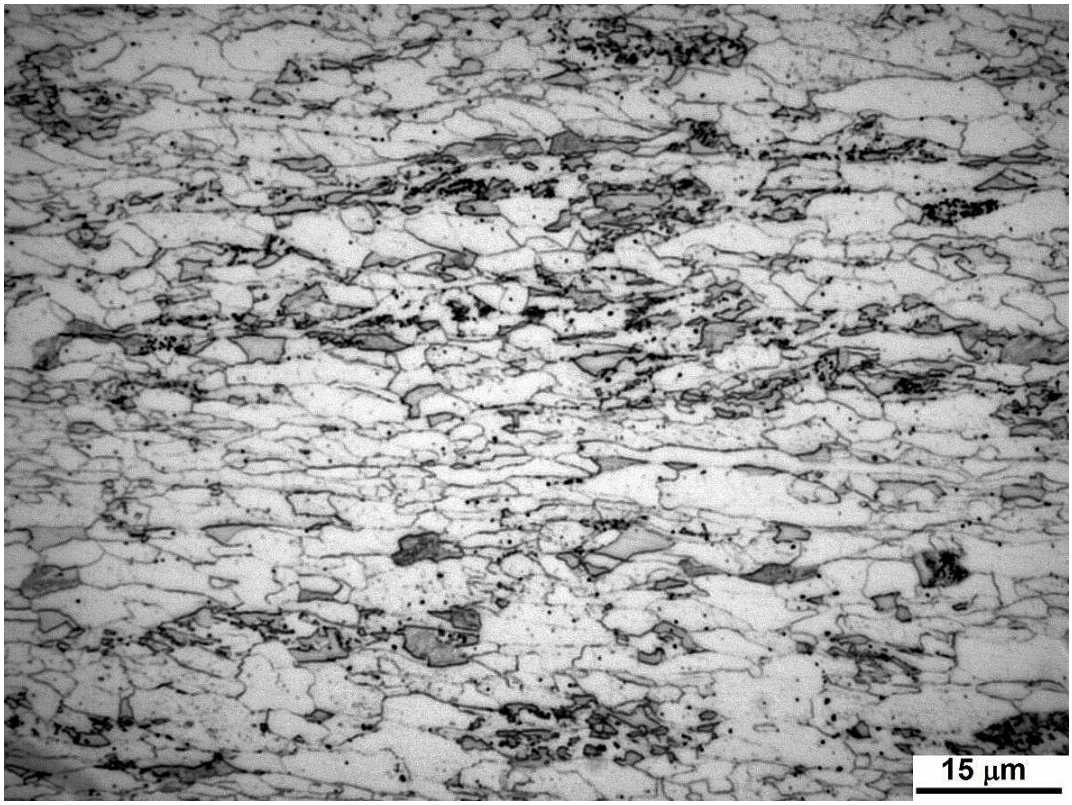


(a) 10% superfície.

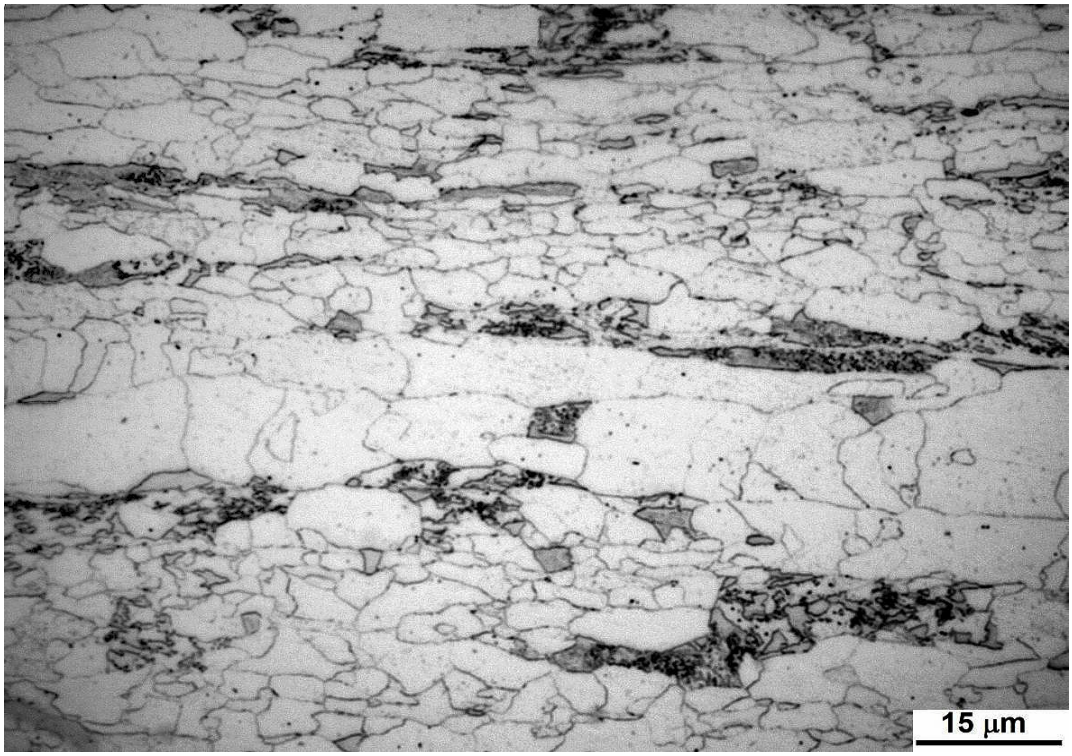


(b) 10% centro.

Figura 21: Amostra 10% deformada, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital.

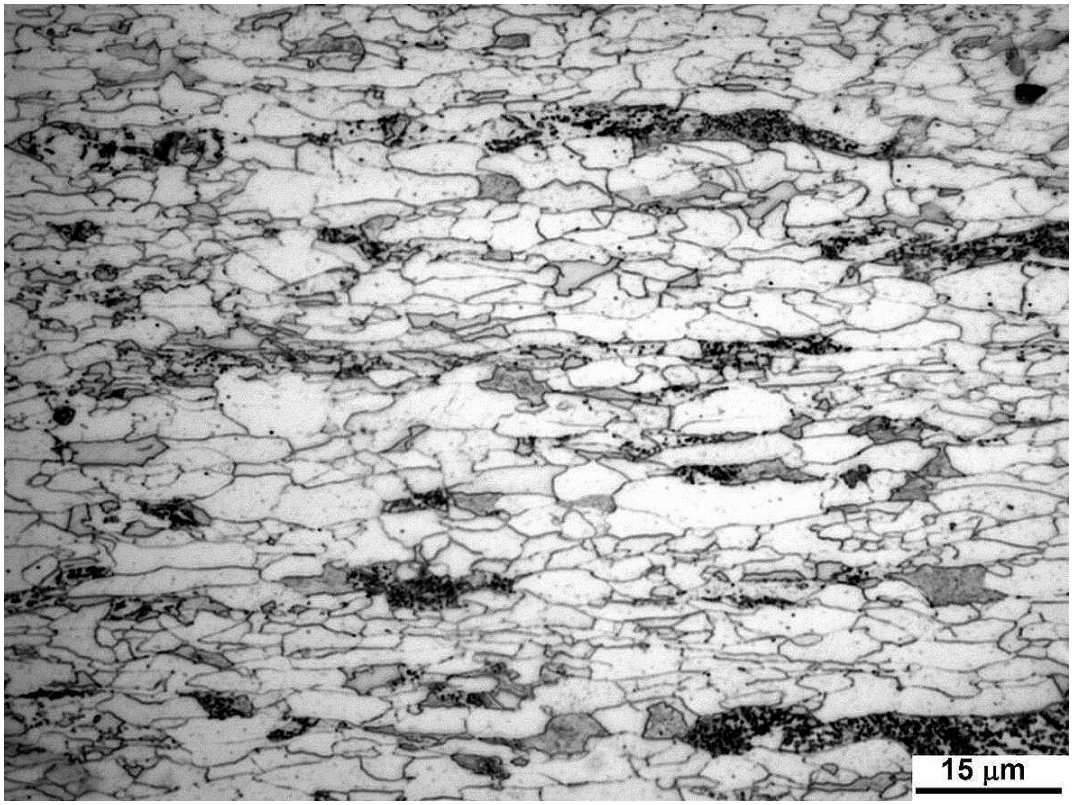


(a) 15% superfície.

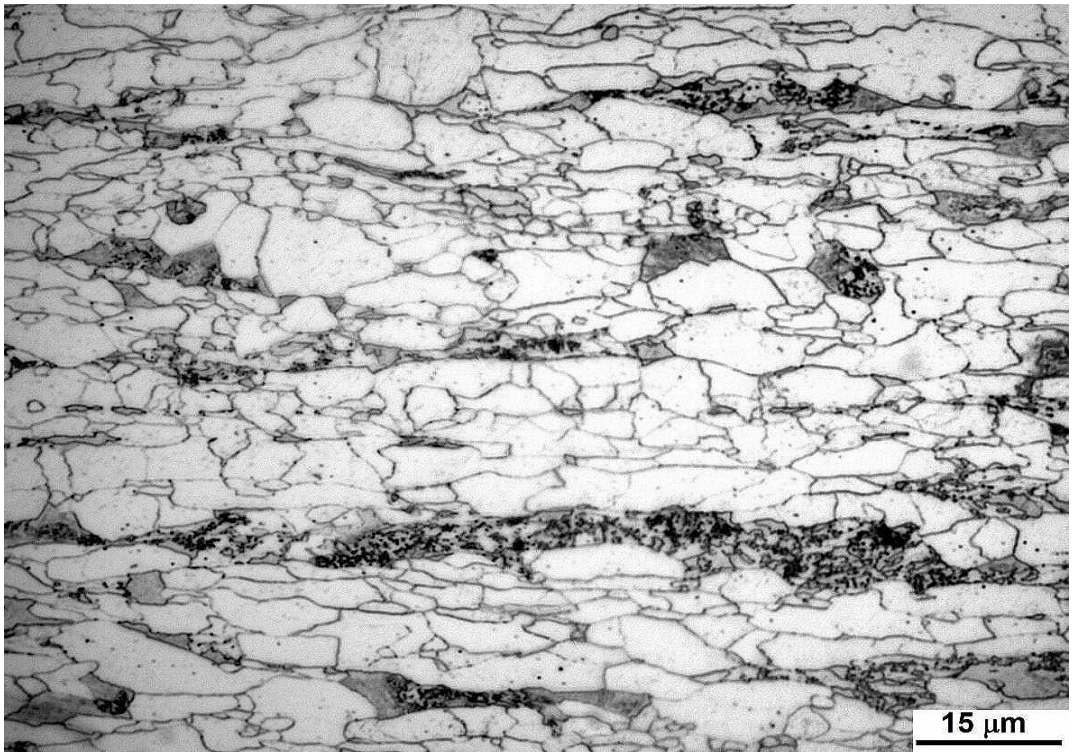


(b) 15% centro.

Figura 22: Amostra 15% deformada, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital.



(a) 20% superfície.



(b) 20% centro.

Figura 23: Amostra 20% deformada, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital.

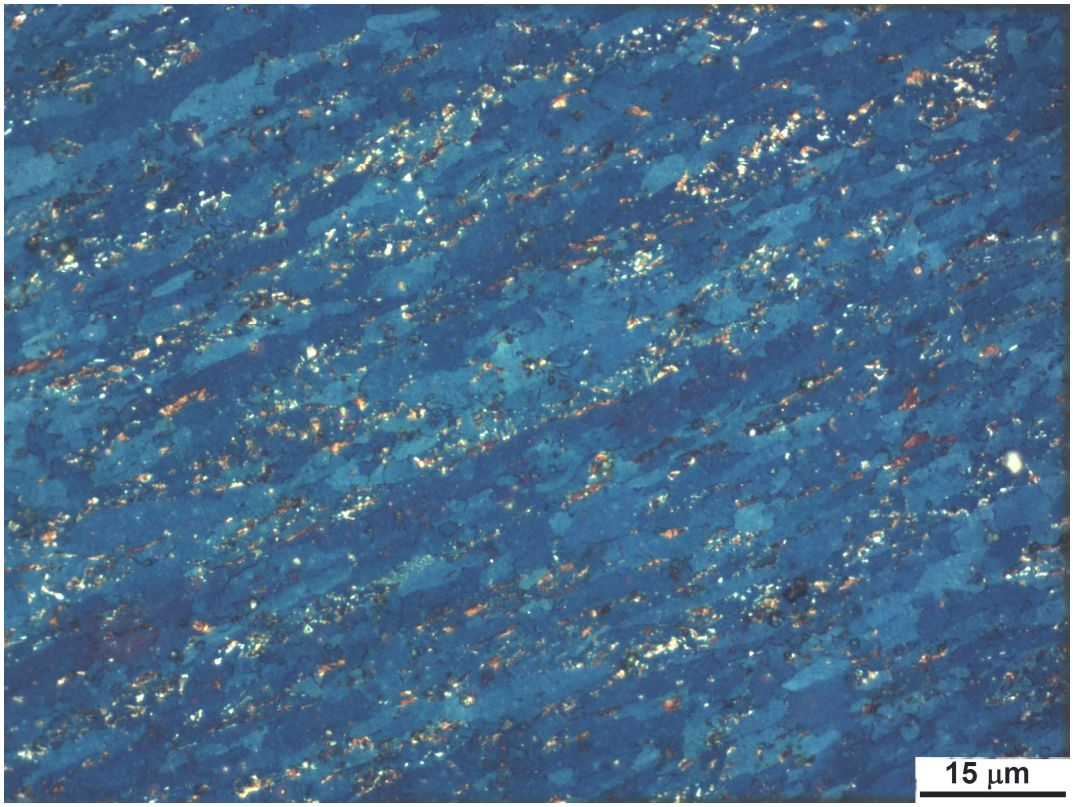


Figura 24: Amostra 0% deformada, sua superfície atacada com reagente Klemm.

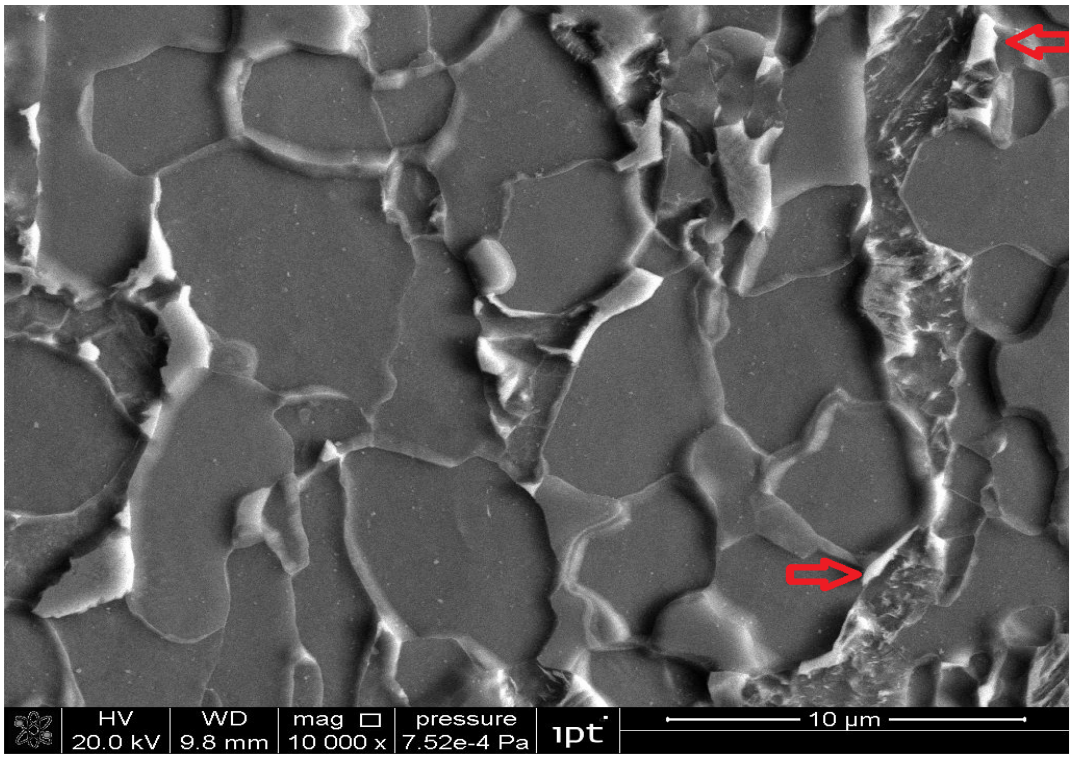


Figura 25: Amostra 0% deformada observada em MEV – FEG exibindo o constituinte AM, em formato alongado ou bloco e branco, conforme as setas.

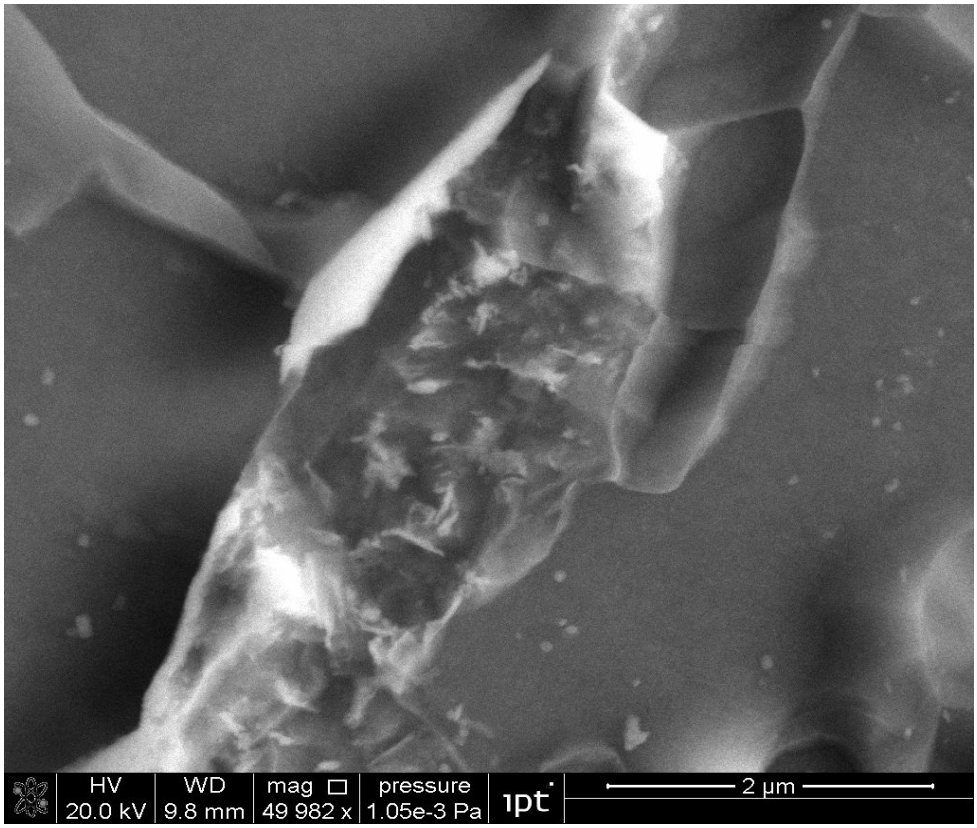


Figura 26: Amostra 0% deformada observada em MEV - FEG com ampliação do suposto constituinte AM, em formato alongado ou bloco e branco.

Em relação à dureza da chapa como recebida e deformada, o perfil exibido na **Figura 27** trata dos resultados exibidos na **Tabela 8**, a qual possui adicionalmente a dureza média por amostra. Por sua vez, a tabela 8 se deve ao **Anexo A**.

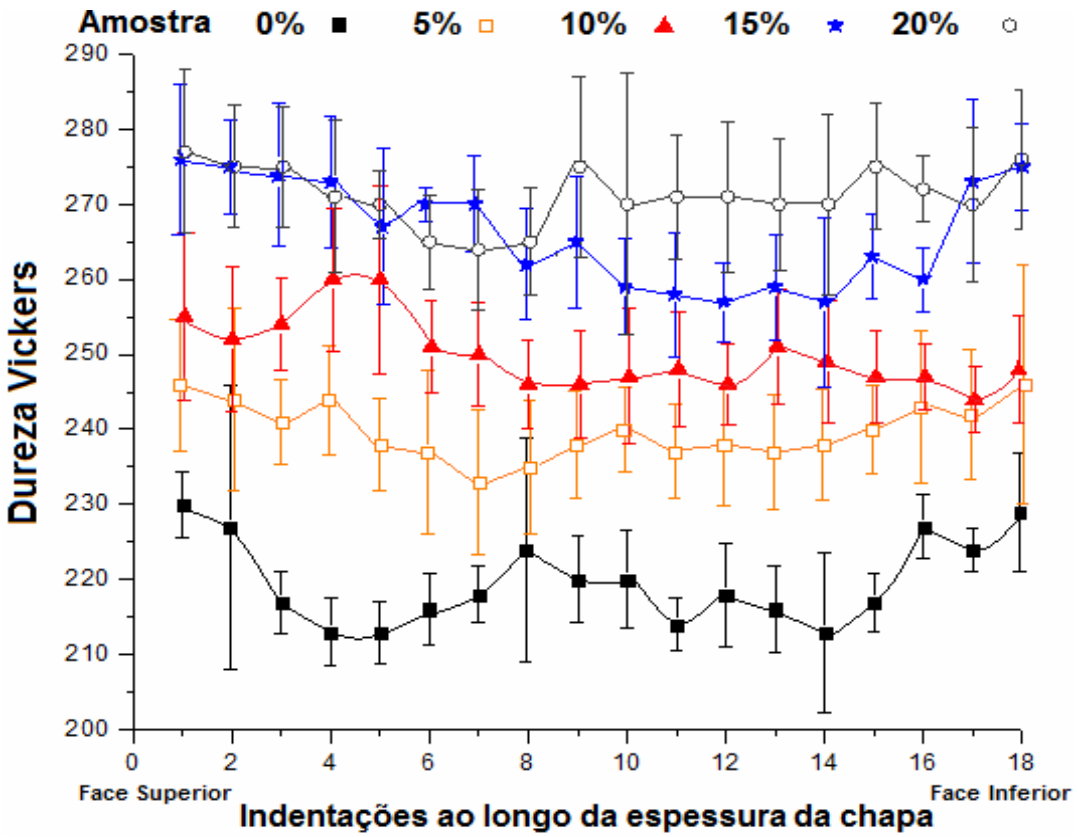


Figura 27: Perfil de dureza das amostras do X80 como recebida e laminadas ao longo da sua espessura.

Tabela 8: Dureza média de todas as amostras, de superfície a superfície, resumidas.

Medidas ao longo da espessura	0% *(HV)*	Desvio Padrão	5% *(HV)*	Desvio Padrão	10% *(HV)*	Desvio Padrão	15% *(HV)*	Desvio Padrão	20% *(HV)*	Desvio Padrão
1	230	4,4	246	8,9	255	11,1	276	10,1	277	10,9
2	227	18,9	244	12,1	252	9,6	275	6,3	275	8,1
3	217	4,1	241	5,7	254	6,1	274	9,5	275	8,0
4	213	4,5	244	7,3	260	9,5	273	8,8	271	10,1
5	213	4,1	238	6,1	260	12,5	267	10,3	270	4,5
6	216	4,7	237	10,8	251	6,1	270	2,3	265	6,3
7	218	3,8	233	9,7	250	6,9	270	6,4	264	8,1
8	224	14,9	235	8,9	246	5,9	262	7,3	265	7,1
9	220	5,7	238	7,0	246	7,1	265	8,9	275	12,0
10	220	6,6	240	5,7	247	9,0	259	6,4	270	17,4
11	214	3,6	237	6,3	248	7,7	258	8,3	271	8,3
12	218	6,9	238	8,3	246	5,5	257	5,3	271	10,1
13	216	5,8	237	7,7	251	7,7	259	7,0	270	8,9
14	213	10,7	238	7,3	249	8,3	257	11,3	270	12,0
15	217	3,9	240	5,9	247	6,2	263	5,7	275	8,4
16	227	4,3	243	10,1	247	4,5	260	4,3	272	4,4
17	224	2,9	242	8,7	244	4,3	273	10,9	270	10,3
18	229	7,9	246	15,9	248	7,2	275	5,7	276	9,3
Média	**220**	6,5	**240**	8,5	**250**	7,5	**266**	7,5	**271**	9,1

4.2. DENSIDADE HIDROSTÁTICA DAS AMOSTRAS COMO RECEBIDA E DEFORMADAS

A **Tabela 9** apresenta os resultados das densidades utilizando a **equação 4,** conforme **ANEXO B**. Nota-se tendência de estabilização da transformção a partir dos 10% de deformação.

Tabela 9: Densidade das amostras como recebida e deformadas do X80.

Densidade			
ρ_0	=	7,8500 $\pm 5.10^{-4}$	g/cm^3
ρ_5	=	7,8455 $\pm 8.10^{-4}$	g/cm^3
ρ_{10}	=	7,8398 $\pm 4.10^{-4}$	g/cm^3
ρ_{15}	=	7,8399 $\pm 3.10^{-4}$	g/cm^3
ρ_{20}	=	7,8401 $\pm 4.10^{-4}$	g/cm^3

4.3. POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA DAS AMOSTRAS COMO RECEBIDA E DEFORMADAS

4.3.1. Resultados obtidos com histeresígrafo (IPT)

A **Tabela 10** mostra o resultado das polarizações das amostras como recebida (0%) e após as deformações, nota-se o efeito da deformação plástica na polarização magnética (J) medida com histeresígrafo.

Tabela 10: Amostras ensaiadas em histeresígrafo realizada no IPT. O número indica o grau de redução de área.

Amostra	0	5	10	15	20
J_s (T)	1,996 ±0,010	2,028 ±0,006	2,033 ±0,004	2,051 ±0,002	2,035 ±0,002

4.3.2. Resultados obtidos com o MAV do IPT

As medidas obtidas das agulhas ensaiadas no laboratório de Metalurgia e Materiais Cerâmicos do IPT têm seu resultado apresentado na **Tabela 11**. Têm-se dois valores de J_s, um positivo e outro negativo, daí a média. Se devem a polarização em duas direções de aplicação do campo externo (H_{ext}) ao qual a agulha foi exposta. Como foi dito, o número indica a redução de área sofrida pela amostra, as letras indicam quantas agulhas foram medidas.

Tabela 11: Amostras e suas polarizações magnéticas de saturação. À direita, a média da polarização magnética e o desvio para as amostras de 0 a 20% deformadas. Medidas realizadas no MAV do IPT.

Polarização		Amostras			Média	Desvio
		0a	**0b**	**0c**		
+ J_s	**(T)**	1,951	1,916	1,970	**1,945**	**0,025**
- J_s	**(T)**	1,958	1,905	1,950		
		5a	**5b**	**5c**		
+ J_s	**(T)**	1,999	1,990	2,010	**2,000**	**0,012**
- J_s	**(T)**	2,008	1,979	2,006		
		10a	**10b**	**10c**		
+ J_s	**(T)**	2,040	2,034	2,034	**2,047**	**0,015**
- J_s	**(T)**	2,074	2,040	2,040		
		15a	**15b**	**15c**		
+ J_s	**(T)**	2,039	2,037	2,060	**2,041**	**0,016**
- J_s	**(T)**	2,025	2,034	2,066		
		20a	**20b**	**20c**		
+ J_s	**(T)**	2,087	2,027	2,029	**2,055**	**0,041**
- J_s	**(T)**	2,098	2,004	2,007		

4.3.3. Resultados obtidos com o MAV do IFUSP

A **Tabela 12** apresenta os valores de J_s obtidos pelo MAV do Instituto de Física da USP para cada agulha de cada amostra e sua média.

Tabela 12: Polarização magnética a 18 kOe para as agulhas medidas no IF – USP.

Polarização		Amostras						Média	Desvio
		0a	**0b**	**0c**	**0d**	**0e**	**0f**		
+ J_s	**(T)**	2,044	2,050	2,029	2,034	2,034	2,034	**2,044**	**0,010**
- J_s	**(T)**	2,040	2,045	2,046	2,057	2,056	2,056		
		5a	**5b**	**5c**	**5d**	**5e**	**5f**		
+ J_s	**(T)**	2,069	2,075	2,075	2,061	2,052	2,049	**2,069**	**0,010**
- J_s	**(T)**	2,065	2,073	2,084	2,071	2,077	2,076		
		10a	**10b**	**10c**	**10d**	**10e**	**10f**		
+ J_s	**(T)**	2,096	2,104	2,054	2,052	2,061	2,062	**2,079**	**0,020**
- J_s	**(T)**	2,092	2,099	2,069	2,065	2,100	2,096		
		15a	**15b**	**15c**	**15d**	**15e**	**15f**		
+ J_s	**(T)**	2,098	2,098	2,068	2,027	2,077	2,077	**2,081**	**0,022**
- J_s	**(T)**	2,089	2,092	2,091	2,061	2,101	2,098		
		20a	**20b**	**20c**	**20d**	**20e**	**20f**		
+ J_s	**(T)**	2,087	2,106	2,053	2,044	2,086	2,096	**2,088**	**0,021**
- J_s	**(T)**	2,081	2,096	2,098	2,084	2,113	2,108		

4.3.4. Aplicando o método Chikazumi nos resultados obtidos com o MAV (IFUSP)

Os resultados das extrapolações baseadas na equação de Chikazumi (**equação 2**) estão na **Tabela 13**. Um exemplo de como foi feito para se obter o coeficiente linear de cada agulha está na **Figura 28**. J_{se} é a extrapolação da linha de tendência até o eixo y, chamado de coeficiente linear da função J pelo inverso do campo magnético (H) aplicado. A polarização magnética chamada de J_{se} contou com os valores mais próximos à saturação, com a quantidade de pontos em que a reta de tendência possuía o ajuste R^2 melhor possível.

Tabela 13: Extrapolações das polarizações magnéticas baseadas na Eq. 2 de Chikazumi. J_{se} é resultado do coeficiente linear desta equação.

Polarização		Amostras						Média	Desvio
		0a	**0b**	**0c**	**0d**	**0e**	**0f**		
+ J_s	**(T)**	2,0596	2,0604	2,0676	2,0754	2,0755	2,0763	**2,061**	**0,012**
- J_s	**(T)**	2,0646	2,0661	2,0482	2,0501	2,0448	2,0474		
		5a	**5b**	**5c**	**5d**	**5e**	**5f**		
+ J_s	**(T)**	2,0963	2,0978	2,1097	2,0986	2,0963	2,0966	**2,092**	**0,015**
- J_s	**(T)**	2,0988	2,1008	2,1004	2,0854	2,0631	2,0637		
		10a	**10b**	**10c**	**10d**	**10e**	**10f**		
+ J_s	**(T)**	2,1169	2,1132	2,0929	2,0906	2,1137	2,1084	**2,097**	**0,021**
- J_s	**(T)**	2,122	2,117	2,0747	2,0745	2,0694	2,0695		
		15a	**15b**	**15c**	**15d**	**15e**	**15f**		
+ J_s	**(T)**	2,1092	2,1059	2,115	2,0795	2,1153	2,1134	**2,098**	**0,022**
- J_s	**(T)**	2,1154	2,1148	2,0881	2,0427	2,085	2,0895		
		20a	**20b**	**20c**	**20d**	**20e**	**20f**		
+ J_s	**(T)**	2,1087	2,0964	2,1076	2,1091	2,119	2,1258	**2,103**	**0,017**
- J_s	**(T)**	2,1197	2,1035	2,0817	2,0749	2,0796	2,1079		

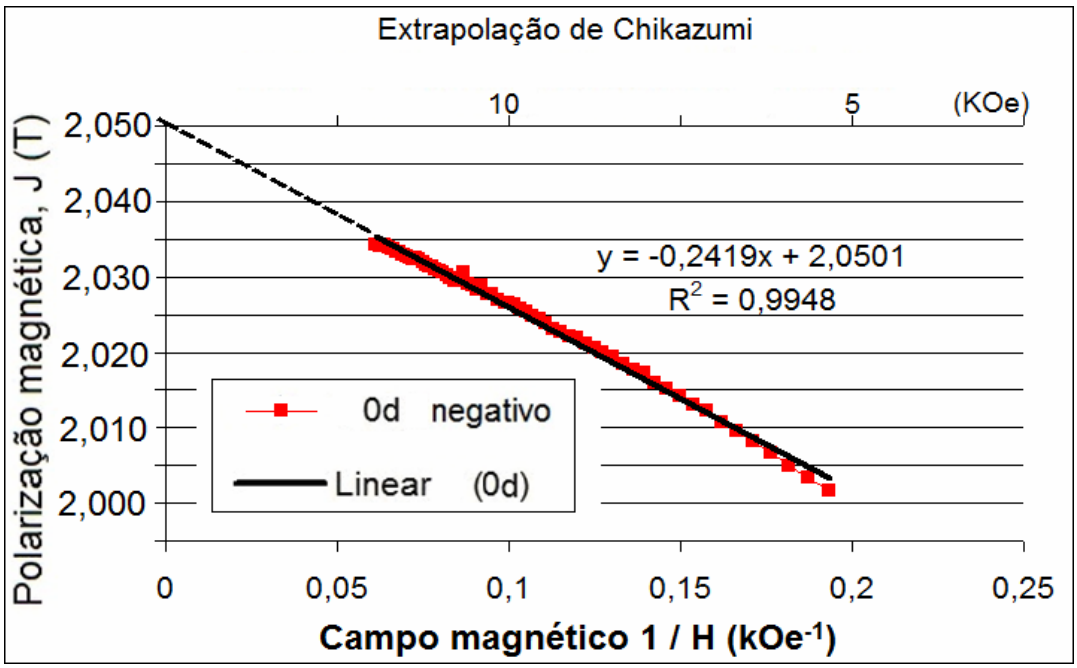


Figura 28: Exemplo do que foi feito para cada agulha em cada condição e tirada a média de polarização de saturação (J_{se}). No caso, amostra 0d com os valores mais próximos da saturação, apresentando a linha de tendência e o coeficiente linear.

4.4. AMOSTRAS TRATADAS TERMICAMENTE

4.4.1. Comparação nas condições como recebido

Para firmar coerência entre os métodos (MAV e histeresígrafo), duas amostras do X80 nas condições como recebido, denominadas 0% pelo presente autor (resultados conforme **Tabela 11** e **Tabela 12** já apresentadas) e M, pertinente a GONZALEZ,[6] tiveram suas polarizações de saturação levantadas. Em seu trabalho, o último autor levantou J_s por histeresígrafo, por isso a comparação nas condições como recebido por ele através do MAV. Os resultados estão apresentados na **Tabela 14** e as letras representam agulhas ensaiadas.

Tabela 14: Comparação da polarização magnética de saturação das amostras do X80 no estado como recebido por dois autores e por dois MAV´s, IFUSP e IPT, respectivamente.

Medidas feitas no IFUSP

Polarização		Amostras		Média	Desvio
		M_a	M_b		
$+ J_s$	(T)	2,009	2,011	**2,022**	**0,014**
$- J_s$	(T)	2,026	2,032		
J_s	(T)	**0%** (conforme tabela 12)		**2,044**	**0,010**

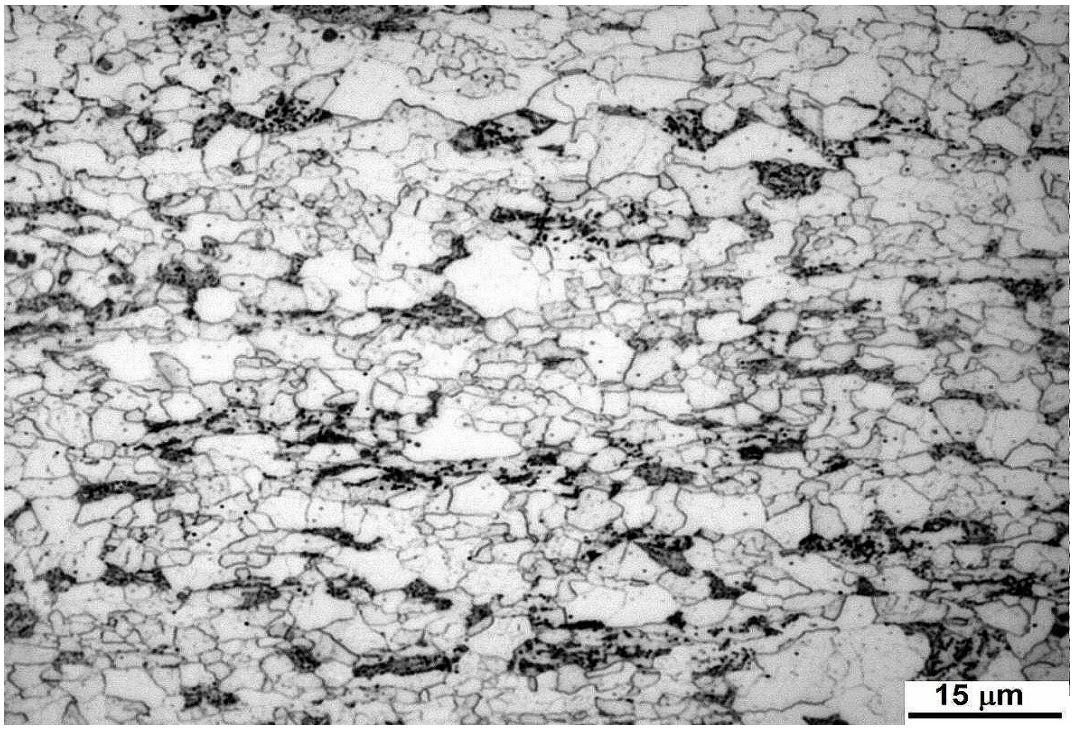
Medidas feitas no IPT

Polarização		Amostras		Média	Desvio
		M_a	M_b		
$+ J_s$	(T)	1,945	1,940	**1,937**	**0,013**
$- J_s$	(T)	1,919	1,946		
J_s	(T)	**0%** (conforme tabela 11)		**1,945**	**0,025**

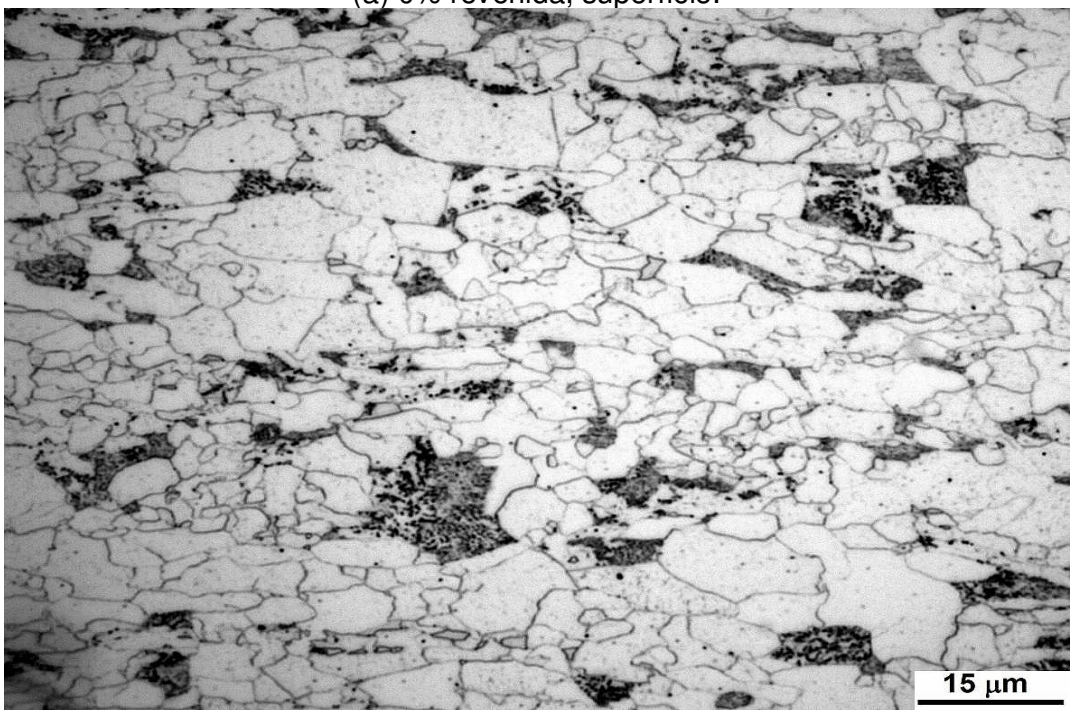
4.4.2. Revenimento

Para a amostra revenida do presente trabalho também foram feitas medidas por MAV (IPT e IFUSP) e por histeresígrafo.

A amostra revenida do X80 ensaiada na presente pesquisa, cuja micrografia está na **Figura 29**, tem sua polarização magnética conforme a **Tabela 15**.



(a) 0% revenida, superfície.



(b) 0% revenida, centro.

Figura 29: Amostra 0% revenida 300°C/ 2 h, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital3%, branco ferrita, mais atacado (escuro) agregados eutetóides e martensita.

Tabela 15: Polarização magnética a 18 kOe das amostras revenidas. Medidas determinadas pelos MAV´s do IFUSP e IPT, seguidas pelo histeresígrafo.

Medidas feitas no IFUSP

Polarização	Amostras		Média	Desvio
	Revenida$_a$	Revenida$_b$		
+ J_s (T)	2,056	2,078	**2,089**	**0,028**
- J_s (T)	2,099	2,122		

Medidas feitas no IPT

Polarização	Amostras		Média	Desvio
	Revenida$_a$	Revenida$_b$		
+ J_s (T)	2,082	2,049	**2,064**	**0,018**
- J_s (T)	2,078	2,047		

Medidas feitas no Histeresígrafo

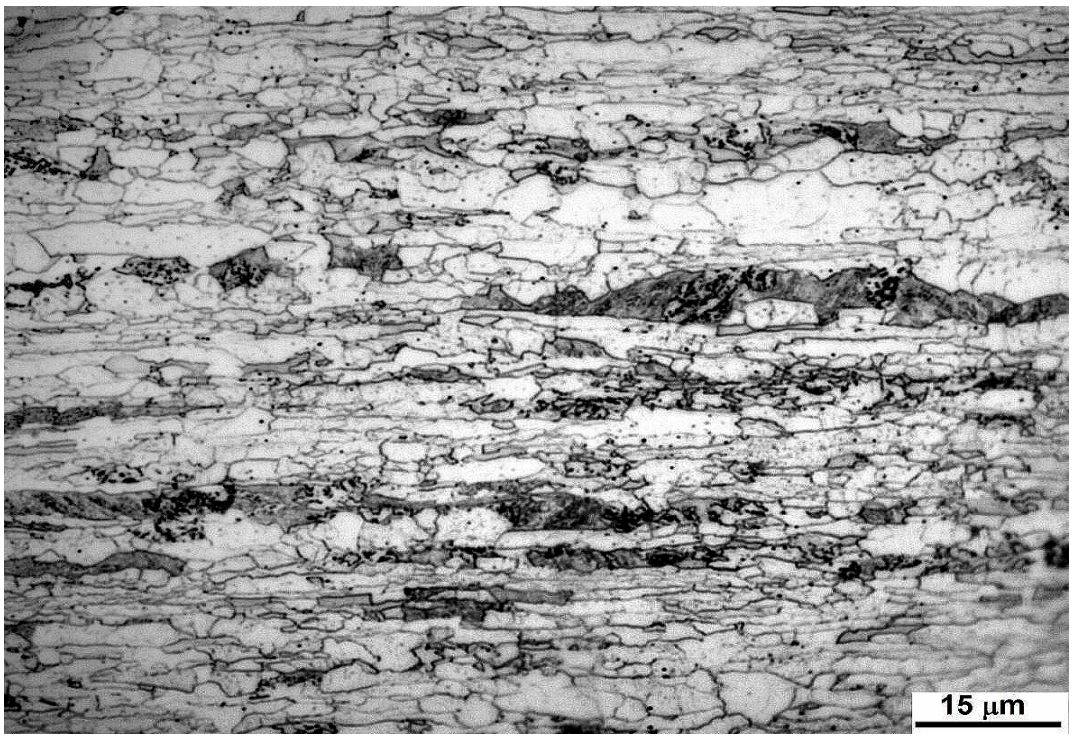
Amostra Revenida	Média	Desvio
Polarização J_s (T)	**2,054**	**0,014**

O cilindro revenido cedido por GONZALEZ[6] teve sua densidade medida pelo método hidrostático, resultando em 7,8440 g/cm^3. Sua polarização magnética de saturação pelo histeresígrafo é de 2,054 ± 0,011 T. O mesmo valor de J_s encontrado para a amostra revenida desta pesquisa também ensaiada em histeresígrafo, ou seja, 2,054 ± 0,014 T.

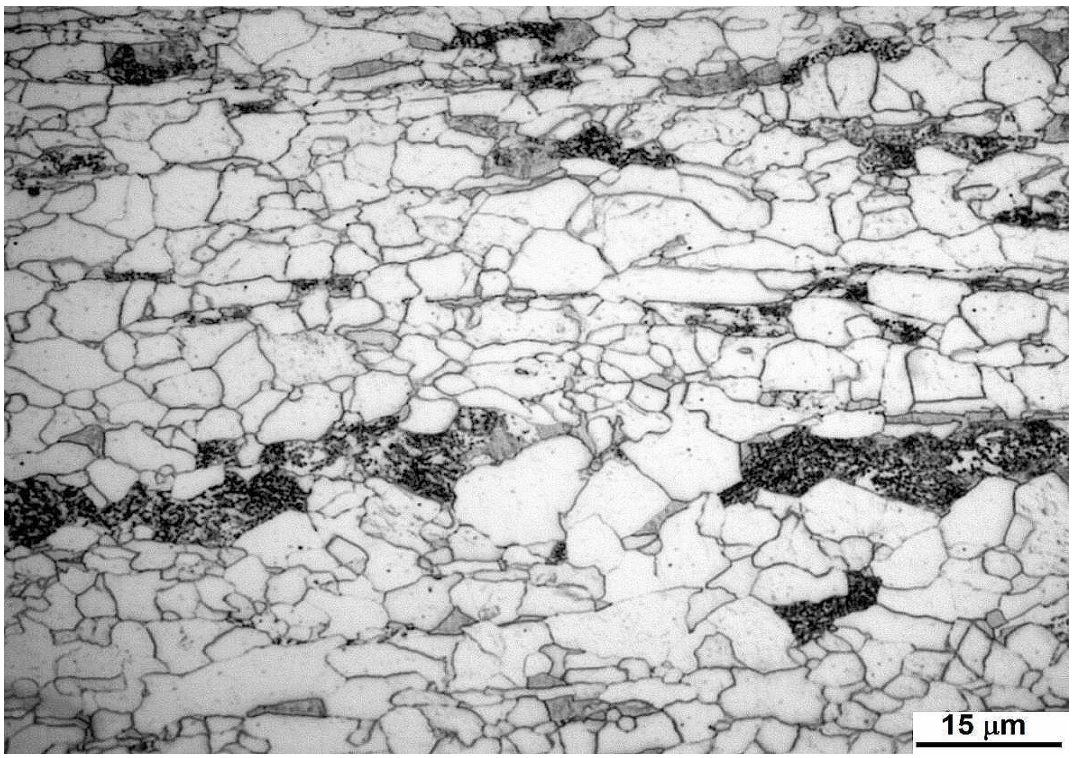
4.4.3. Sub-zero

Uma amostra do X80 como recebido (0%) e uma 15% deformada, após 4 horas imersas em nitrogênio líquido, tiveram agulhas (1 x 1 x 5 mm) extraídas e medidas suas polarizações magnéticas no MAV do IFUSP, conforme pode ser visto na **Tabela 16**. A última linha apresenta os resultados destas mesmas amostras sem o tratamento sub-zero para comparação.

A **Figura 30** e **Figura 31** mostram as micrografias destas amostras.

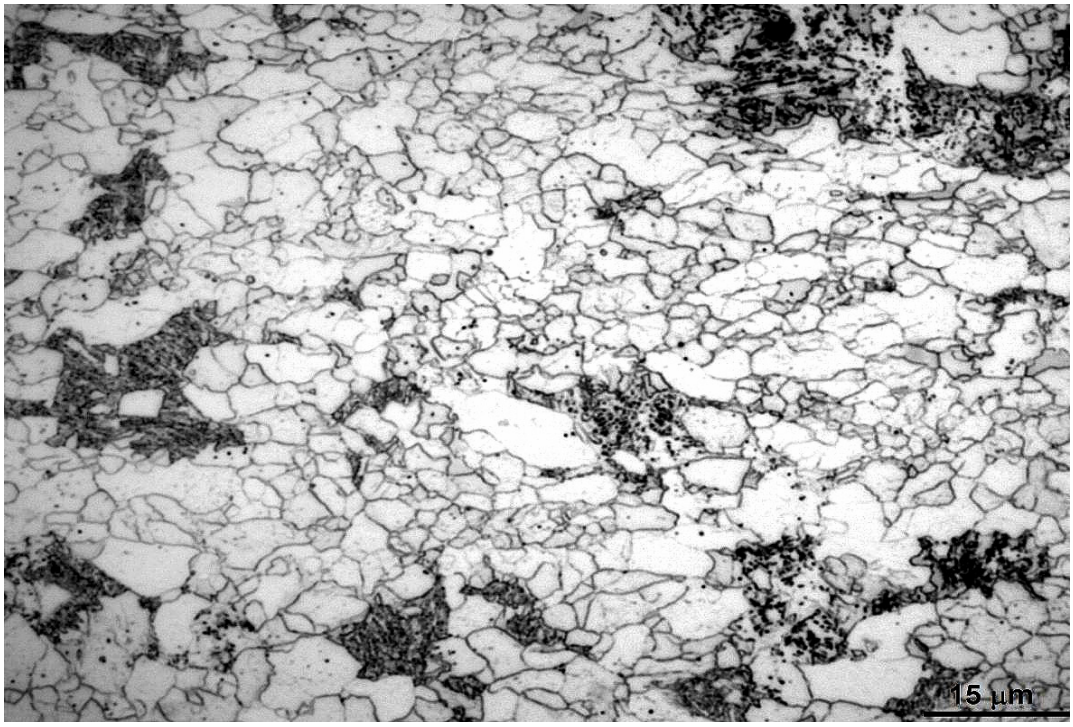


(a) 0% subzero, superfície.

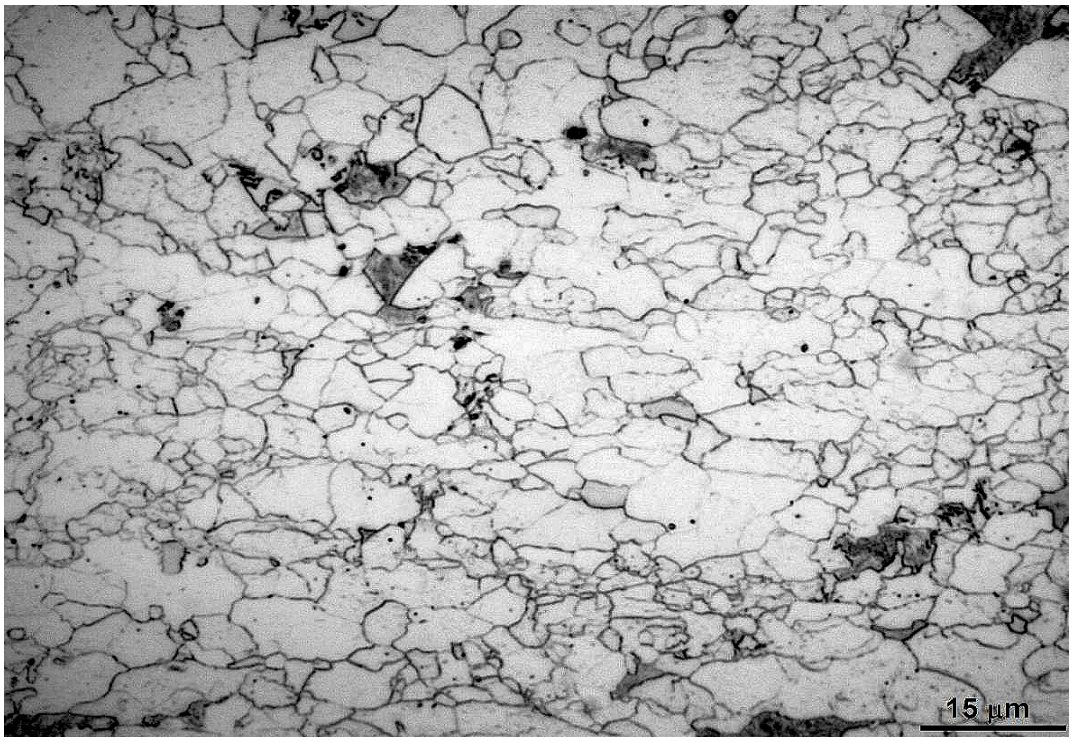


(b) 0% subzero, centro.

Figura 30: Amostra 0% subzero por 4 h, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital3%, branco ferrita, mais atacado (escuro) agregados eutetóides e martensita (1000x).



(a) 15% subzero, superfície.



(b) 15% subzero, centro.

Figura 31: Amostra 15% subzero por 4 h, em (a) superfície e em (b) centro. Ataque Nital3%, branco ferrita, mais atacado (escuro) agregados eutetóides e martensita (1000x).

Tabela 16: Polarização magnética do X80 após tratamento a -196°C / 4 h nas condições como recebido (0%) e 15% deformado.

Medidas feitas no IFUSP

Polarização	Amostras	
	$0\%_{subzero}$	$15\%_{subzero}$
$+ J_s$ (T)	2,022	2,063
$- J_s$ (T)	2,042	2,103
$J_{Smédio}$ (T)	**2,032**	**2,083**
	Amostras sem sub-zero	
$J_{Smédio}$ (T)	**2,044**	**2,081**
Desvio	0,010	0,022

4.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Com a difração de raios X foi possível investigar a microestrutura do material nas condições como recebido, deformado ou tratado termicamente, assim relacionando os resultados com a austenita retida do constituinte AM medida magneticamente e por densidade.

A difração também forneceu resultados para o cálculo do parâmetro de rede da ferrita, através do qual a polarização teórica da liga pode ser calculada. Os picos medidos estão na **Tabela 17**, a qual também mostra os três picos para a austenita e seu parâmetro de rede.

Os resultados das difrações estão apresentados conforme **Figura 32**, **Figura 33**, **Figura 34**, defasados para melhor compreensão, e **Figura 35**. Na **Figura 32** tem-se o espectro total bruto, no intervalo $30° < 2\theta < 120°$, superpondo as amostras deformadas junto da amostra como recebida. Na **Figura 33** o espectro total tratado para $k\alpha 1$, também no intervalo $30° < 2\theta < 120°$, superpondo as amostras deformadas à amostra como recebida. A **Figura 34** mostra as DRX tratadas $k\alpha 1$ para as amostras como recebida, revenida 300°C/ 2 h e subzero, nas condições 0 e 15% deformadas. Na **Figura 35** os dois primeiros picos são examinados conforme a deformação ou os tratamentos térmicos aplicados, superpondo-os e sempre comparando com a amostra como recebida.

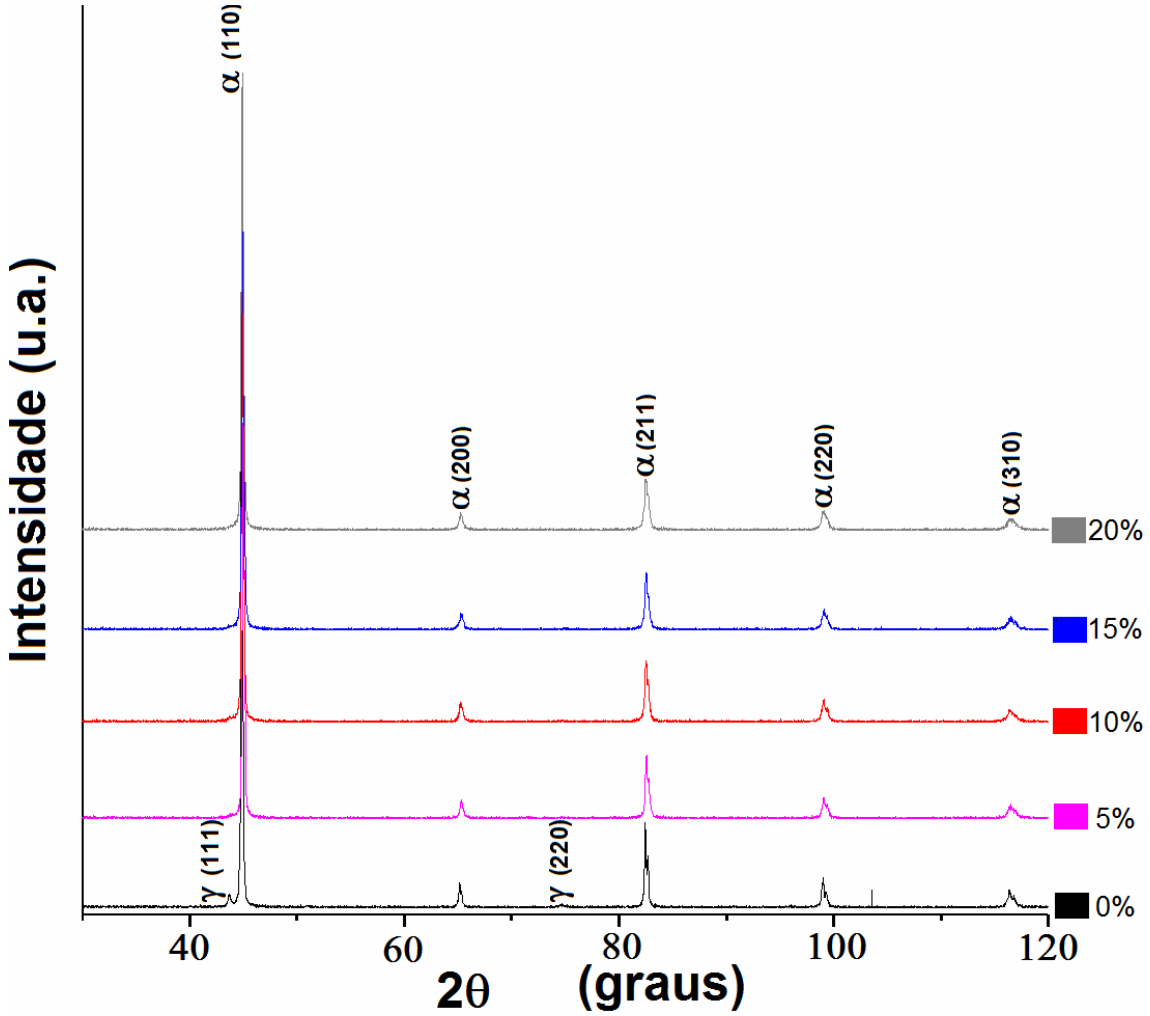


Figura 32: Espectro total bruto da difração de raios X para as amostras 0 a 20%.

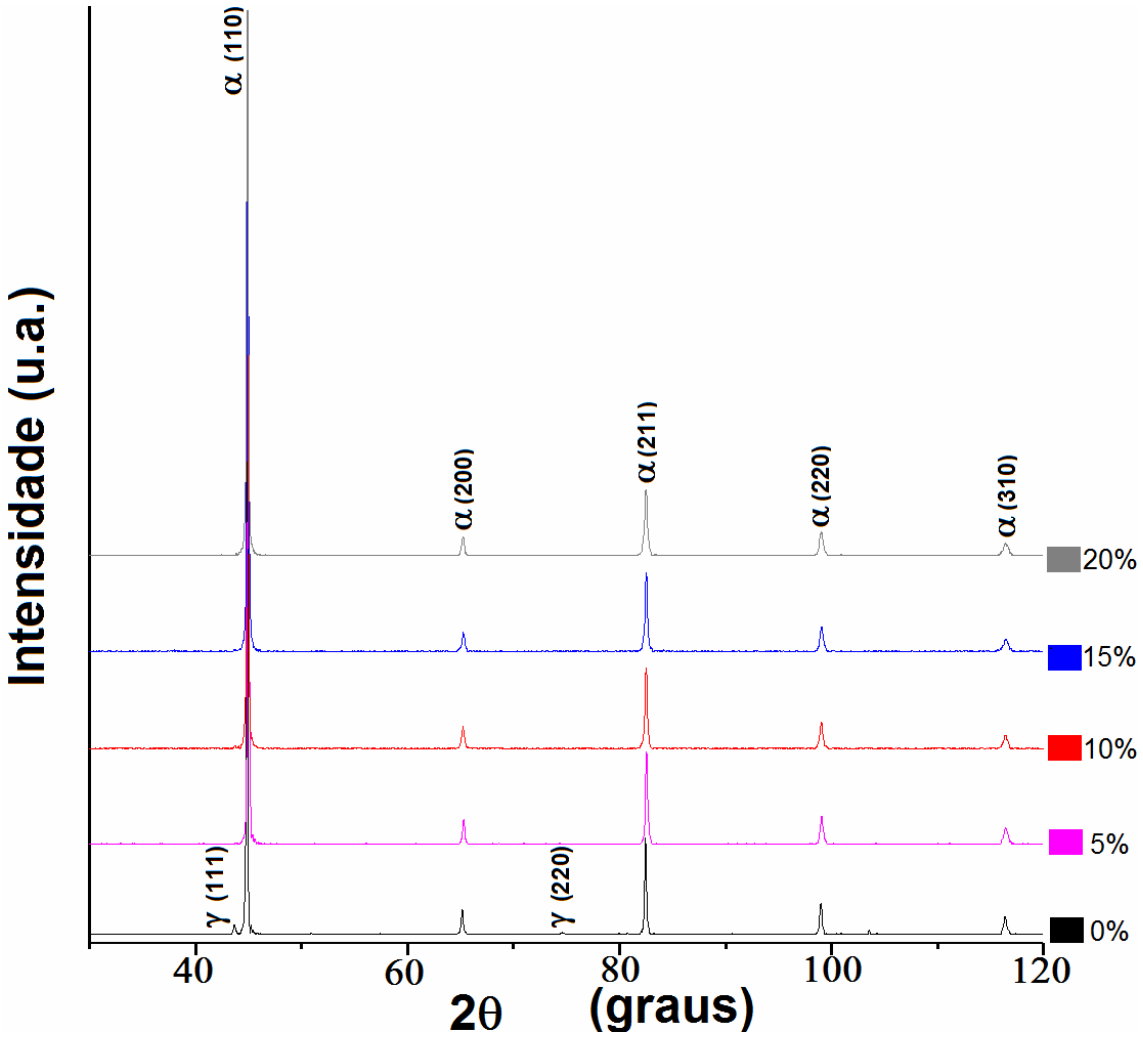


Figura 33: Espectro total tratado kα1 da difração de raios X para as amostras 0, 5, 10, 15 e 20% deformadas.

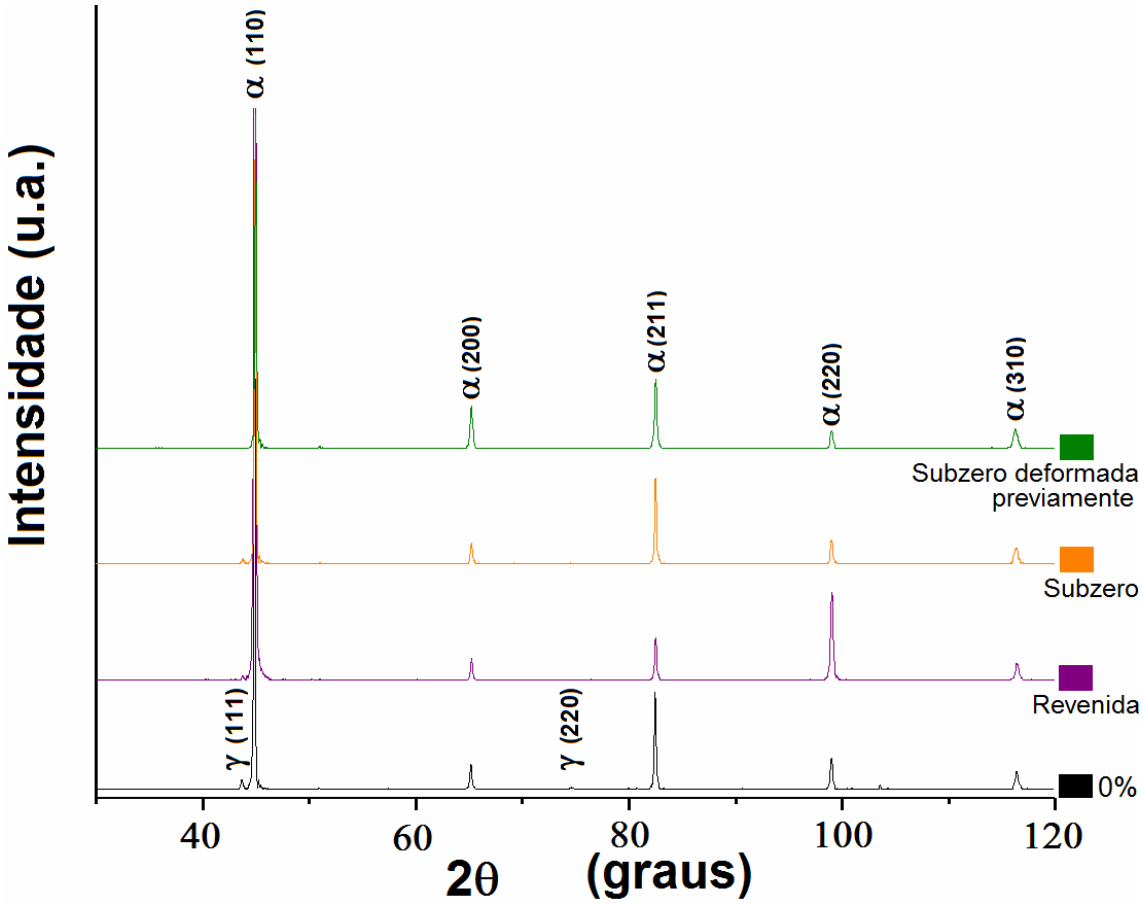


Figura 34: **Espectro total tratado kα1 da difração de raios X para as amostras do aço X80 como recebida (0%) e tratadas termicamente.**

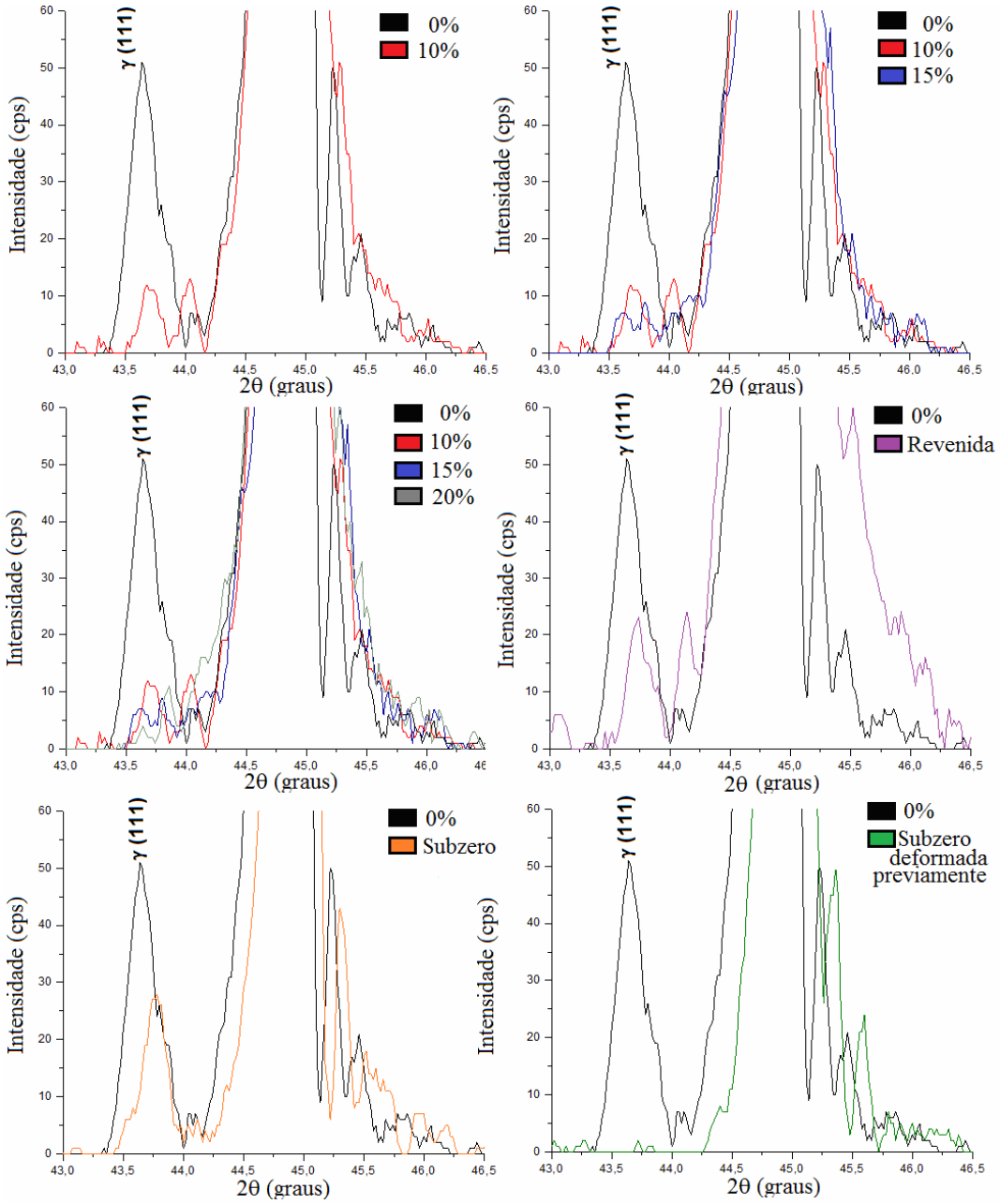


Figura 35: Difrações de raios X superpostas. Evolução dos primeiros picos difratados conforme deformação ou tratamento térmico, em comparação com a amostra como recebida.

Através dos picos de difração obtidos e da **equação 5,** a seguir, foi calculado o *parâmetro de rede (a)* do ferro da ferrita e da austenita, onde d_{hkl} é a distância interplanar pertinente a um plano de difração (hkl), conforme:

$$a = d_{hkl} \cdot (h^2 + k^2 + l^2)^{0,5} \ldots \text{ (Eq. 5)}$$

Ao plotar os valores do parâmetro de rede obtido por DRX em função do co-seno ao quadrado de θ (ângulo da difração), conforme a **Figura 36**, o coeficiente linear médio de todas as amostras foi de 2,8736 Å para a ferrita, diferindo 0,45% do valor médio fornecido por DRX (2,8607 Å). O valor do parâmetro obtido pelo coeficiente linear para a austenita foi de 3,6227 Å, enquanto a média aritmética resultou em 3,5897 Å.

Tabela 17: Parâmetros de rede da ferrita e da austenita calculados através dos resultados obtidos da difração de raios X.

Amostra como recebida (0%)

Pico	*I*	*d (Å)*	*(h k l)*	*2θ*	*θ*	*sen²θ*	*cos²θ*	*a (Å)*
1	2913	2,020	1 1 0	44,84	22,42	0,15	0,85	**2,857**
2	134	1,430	2 0 0	65,16	32,58	0,29	0,71	**2,861**
3	522	1,169	2 1 1	82,44	41,22	0,43	0,57	**2,863**
4	169	1,013	2 2 0	99,01	49,50	0,58	0,42	**2,865**
5	96	0,906	3 1 0	116,41	58,20	0,72	0,28	**2,866**

Amostra 5% deformada

Pico	*I*	*d (Å)*	*(h k l)*	*2θ*	*θ*	*sen²θ*	*cos²θ*	*a (Å)*
1	2169	2,014	1 1 0	44,97	22,48	0,15	0,85	**2,848**
2	99	1,428	2 0 0	65,29	32,65	0,29	0,71	**2,856**
3	378	1,168	2 1 1	82,55	41,27	0,44	0,56	**2,860**
4	114	1,012	2 2 0	99,09	49,54	0,58	0,42	**2,863**
5	67	0,906	3 1 0	116,47	58,24	0,72	0,28	**2,865**

Amostra 10% deformada

Pico	*I*	*d (Å)*	*(h k l)*	*2θ*	*θ*	*sen²θ*	*cos²θ*	*a (Å)*
1	2514	2,017	1 1 0	44,90	22,45	0,15	0,85	**2,853**
2	100	1,429	2 0 0	65,24	32,62	0,29	0,71	**2,858**
3	370	1,168	2 1 1	82,51	41,25	0,43	0,57	**2,861**
4	121	1,012	2 2 0	99,06	49,53	0,58	0,42	**2,864**
5	96	0,906	3 1 0	116,42	58,21	0,72	0,28	**2,866**

Amostra 15% deformada

Pico	*I*	*d (Å)*	*(h k l)*	*2θ*	*θ*	*sen²θ*	*cos²θ*	*a (Å)*
1	2267	2,016	1 1 0	44,93	22,47	0,15	0,85	**2,851**
2	81	1,428	2 0 0	65,28	32,64	0,29	0,71	**2,856**
3	333	1,168	2 1 1	82,52	41,26	0,43	0,57	**2,861**
4	105	1,012	2 2 0	99,08	49,54	0,58	0,42	**2,863**
5	51	0,906	3 1 0	116,48	58,24	0,72	0,28	**2,865**

Amostra 20% deformada

Pico	*I*	*d (Å)*	*(h k l)*	*2θ*	*θ*	*sen²θ*	*cos²θ*	*a (Å)*
1	2466	2,018	1 1 0	44,89	22,44	0,15	0,85	**2,853**
2	85	1,429	2 0 0	65,23	32,61	0,29	0,71	**2,858**
3	78	1,171	2 1 1	82,24	41,12	0,43	0,57	**2,869**
4	109	1,013	2 2 0	99,05	49,53	0,58	0,42	**2,864**
5	57	0,906	310	116,40	58,20	0,72	0,28	**2,865**

Amostra Revenida

Pico	*I*	*d (Å)*	*(h k l)*	*2θ*	*θ*	*sen²θ*	*cos²θ*	*a (Å)*
1	7586	2,018	1 1 0	44,89	22,44	0,15	0,85	**2,853**
2	-	-	2 0 0	-	-	-	-	-
3	228	1,168	2 1 1	82,49	41,25	0,43	0,57	**2,862**
4	473	1,013	2 2 0	99,05	49,52	0,58	0,42	**2,864**
5	92	0,906	3 1 0	116,40	58,20	0,72	0,28	**2,866**

Amostra subzero

Pico	*I*	*d (Å)*	*(h k l)*	*2θ*	*θ*	*sen²θ*	*cos²θ*	*a (Å)*
1	2392	2,016	1 1 0	44,92	22,46	0,15	0,85	**2,851**
2	114	1,429	2 0 0	65,21	32,61	0,29	0,71	**2,859**
3	462	1,168	2 1 1	82,48	41,24	0,43	0,57	**2,862**
4	130	1,013	2 2 0	99,02	49,51	0,58	0,42	**2,865**
5	84	0,907	3 1 0	116,33	58,17	0,72	0,28	**2,867**

Amostra 15% deformada mais subzero

Pico	*I*	*d (Å)*	*(h k l)*	*2θ*	*θ*	*sen²θ*	*cos²θ*	*a (Å)*
1	1794	2,015	1 1 0	44,96	22,48	0,15	0,85	**2,849**
2	228	1,429	2 0 0	65,22	32,61	0,29	0,71	**2,859**
3	371	1,168	2 1 1	82,50	41,25	0,43	0,57	**2,862**
4	96	1,013	2 2 0	99,03	49,52	0,58	0,42	**2,864**
5	107	0,907	3 1 0	116,31	58,15	0,72	0,28	**2,868**

Picos da austenita na amostra 0%

Pico	*I*	*d (Å)*	*(h k l)*	*2θ*	*θ*	*sen²θ*	*cos²θ*	*a (Å)*
1	50	2,071	1 1 1	43,66	21,83	0,14	0,86	**3,588**
2	7	1,792	2 0 0	50,90	25,45	0,18	0,82	**3,585**
3	10	1,271	2 2 0	74,58	37,29	0,37	0,63	**3,596**

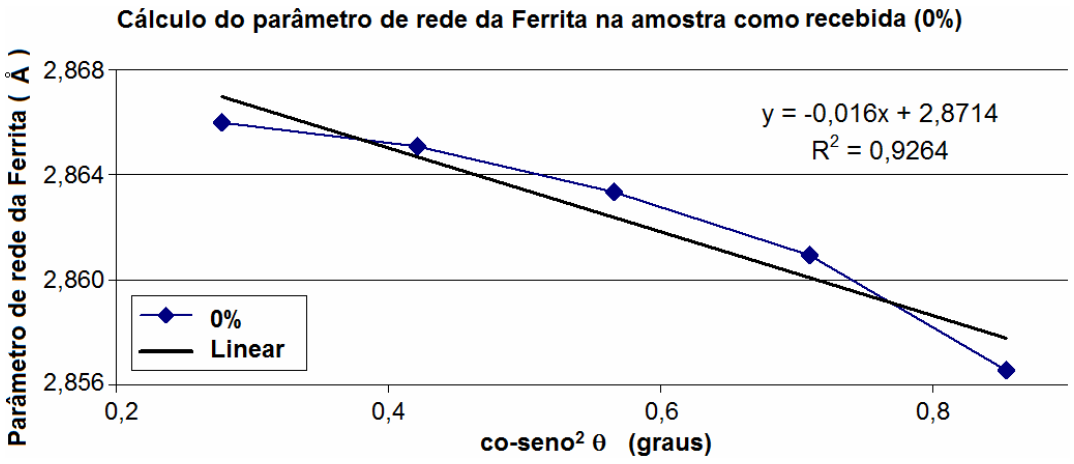


Figura 36: Parâmetro de rede da ferrita calculado, no caso para amostra 0%, através do coeficiente linear do parâmetro de rede obtido por difração, em função do co-seno ao quadrado de θ.

A literatura[85] diz que quando o ângulo de difração for muito baixo ($2\theta < 60°$) o ajuste não é tão preciso.

5. DISCUSSÃO

5.1. ANÁLISE MICROESTRUTURAL

Os teores de composição mostrados na **Tabela 5** referem-se ao material como recebido. Todos os elementos têm menores teores do que o máximo permitido pela norma API 5L (2004). Pelo relatório técnico da EWI Microalloying (2007) excetuam-se o Mn e P.

O aço do presente estudo foi caracterizado por GONZALEZ[6] contendo α_p, α_q, α granular refinada, além de colônias de bainita alotriomórfica em forma de banda, acompanhadas de ilhas de constituinte AM. A matriz é de α_p, 15% de agregados eutetóides (P´ e B) e 3,4% de austenita retida como constituinte AM.

Desde a **Figura 19** à **Figura 23** percebe-se os grãos pequenos de ferrita (que conferem maior dureza) próximos à superfície, os quais são provenientes da laminação de acabamento. A diferença de TG entre superfície e centro da chapa se

deve à maior taxa de calor trocado na superfície e não exclusivo de um gradiente causado por deformação.

A laminação de desbaste acima de T_{nr} teve a função de diminuir o TG austenítico, pois assim existirão mais áreas de contornos e mais locais para início da decomposição por difusão, facilitando o aparecimento de α, P e B, mas também diminuindo o tempo de resfriamento para obtenção de αM. O controle da temperatura de deformação e seu grau, abaixo de T_{nr} durante a laminação de acabamento, têm efeito decisivo no refino da estrutura final.

Quando a laminação de acabamento do processo utilizado pela USIMINAS se inicia, o aço está abaixo da T_{nr}, os grãos de austenita não recristalizam mais e são deformados. Por isto, no material aqui identificado como “sem deformação” (0%), as colônias de grãos de ferrita e agregados eutetóides exibem um alinhamento no sentido da laminação, como mostrado na **Figura 19** à **Figura 23**.

O ataque com Nital não destaca o microconstituinte AM, este encontra-se nos contornos de grão e preferencialmente nas interfaces de três grãos, possui forma quase triangular ou alongada, de tamanho próximo de 2 μm. O ataque com reagente Klemm revelou grande quantidade de ferrita (azul) no aço e muitas regiões de pequenas dimensões não atacadas (brancas), atribuindo estas últimas ao constituinte AM. Por estereologia quantitativa estas áreas brancas totalizaram 7%.

As setas da **Figura 25** (por MEV – FEG) indicam o constituinte AM, bloco ou agulha, no contorno entre grãos e de aproximadamente 2 μm de comprimento.

5.2. POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA

Como pode ser visto na **Figura 37** a seguir, a polarização magnética de saturação do X80 cresce com a deformação plástica e a densidade diminui. Nesta pesquisa os maiores valores de J_s obtidos, reflexo da maior transformação da austenita do constituinte AM, são nas amostras revenida e mais deformadas. Se confirma a hipótese de que a deformação plástica promove a transformação da austenita retida do constituinte AM, não magnética, em martensita magnética (por SIMT). Adicionalmente confirma que esta transformação não é linear, sendo maior

nos primeiros estágios de deformação. Conclui-se que cerca de 10% de deformação parou a transformação.

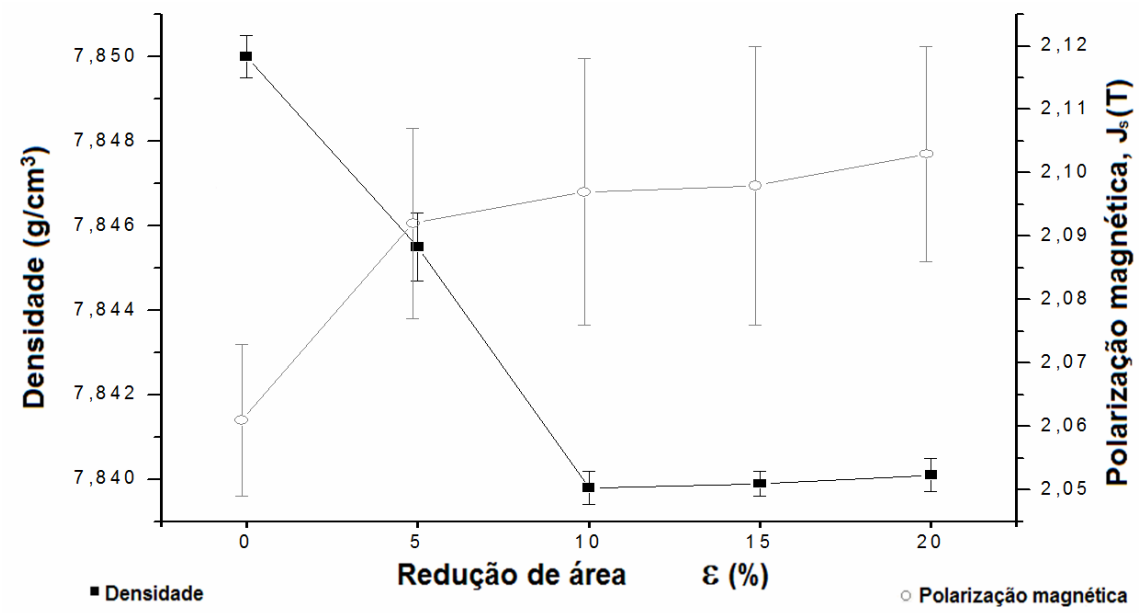


Figura 37: Densidade e polarização magnética de saturação (extrapolação de Chikazumi com dados do IFUSP) em função da deformação.

Sabe-se que o aumento da densidade de discordâncias aumenta proporcionalmente com a deformação, refletindo em aumento de resistência mecânica. Pertinente às propriedades magnéticas, o aumento da densidade de discordâncias afetam as perdas (principalmente aumentando a parcela histerética), o campo coercivo e diminui a permeabilidade, mas não afeta a polarização de saturação, que é função dos elementos que compõe o material, temperatura e estrutura cristalina.

5.2.1. Estimativa teórica do valor de polarização magnética de saturação a partir da composição química do aço

É possível estimar o valor da polarização magnética de saturação do material sem austenita retida a partir da composição química, assumindo várias simplificações:

a) O aço contém somente ferrita e cementita como constituintes.

b) Que o teor de C da ferrita seja desprezível (zero).

c) Que a composição química da cementita contenha apenas ferro e carbono.

d) Que a saturação magnética da ferrita possa ser calculada considerando-se as frações molares dos elementos de liga e seus momentos magnéticos atômicos.

Com base nisso, a estimativa pode ser assim construída:

$$J_s^{\alpha} / \mu_0 = (\Sigma X_{molar}^{i} \cdot m'^{i}) / V_c^{i} \quad \text{... } \textbf{(Eq. 6)}$$

$$J_{Sest} = X_v^{\alpha} \cdot J_s^{\alpha} + X_v^{Fe_3C} \cdot J_s^{Fe_3C} \text{ ... } \textbf{(Eq. 7)}$$

Onde:

X_v^{α} e $X_v^{Fe_3C}$ são as frações volumétricas de ferrita e cementita, respectivamente.

J_s^{α} e $J_s^{Fe_3C}$ são as polarizações de saturação da ferrita e cementita, respectivamente.

X_{molar}^{i} é a fração molar do elemento “i” na ferrita.

m'^{i} é o momento magnético atômico do elemento “i”.

V_c é o volume da célula unitária.

μ_0 é a constante de permeabilidade magnética.

a é parâmetro de rede da ferrita calculado por DRX = 0,2861 nm.

Dados de massa atômica (A) utilizados para o cálculo de polarização magnética de saturação teórica.

A = massa atômica (u)

A_{Fe} = 55,8452. A_{Mo} = 95,9600. A_{Ni} = 58,6934. A_{Cr} = 51,9961. A_{Cu} = 63,5460

A_{Co} = 58,9332. A_S = 32,0655. A_C = 12,0107. A_{Nb} = 96,9064. A_P = 30,9738.
A_{Si} = 28,0855. A_{Al} = 26,9815. A_{Mn} = 54,9380. A_{Ti} = 47,8670. A_V = 50,9415.

Conforme a tabela 5, a composição da liga está apresentada abaixo.

Fe	***C***	***Si***	***Mn***	***Nb + Ti + V***		***Cr***
97,277	0,068	0,193	1,830	0,104		0,189
Co	***Al***	***P***	***S***	***Cu***	***Ni***	***Mo***
0,019	0,024	0,019	0,003	0,012	0,017	0,245

1) Base de cálculo 100 gramas:

Número de mol:

$$\mathbf{Fe} = \frac{\text{massa}}{A_{Fe}} = \frac{97{,}277}{55{,}845} = \mathbf{1{,}7419} \text{ mol de Ferro}$$

$$\mathbf{Ni} = \frac{0{,}017}{58{,}693} = \mathbf{0{,}0003} \text{ mol de Níquel}$$

$$\mathbf{Co} = \frac{0{,}019}{58{,}933} = \mathbf{0{,}0003} \text{ mol de Cobalto}$$

$$\mathbf{C} = \frac{0{,}068}{12{,}011} = \mathbf{0{,}0057} \text{ mol de Carbono}$$

$$\mathbf{Si} = \frac{0{,}193}{28{,}086} = \mathbf{0{,}0069} \text{ mol de Silício}$$

$$\mathbf{Mn} = \frac{1{,}83}{54{,}938} = \mathbf{0{,}0333} \text{ mol de Manganês}$$

$$\mathbf{Nb+Ti+V} = \frac{0{,}104}{63{,}905} = \mathbf{0{,}0016} \text{ mol de Nióbio+Titânio+Vanádio}$$

$$\mathbf{Cr} = \frac{0{,}189}{51{,}9961} = \mathbf{0{,}0036} \text{ mol de Cromo}$$

$$\mathbf{Al} = \frac{0{,}024}{26{,}9815} = \mathbf{0{,}0009} \text{ mol de Alumínio}$$

$$\mathbf{P} = \frac{0{,}019}{30{,}9738} = \mathbf{0{,}0006} \text{ mol de Fósforo}$$

$$\mathbf{S} = \frac{0{,}003}{32{,}0655} = \mathbf{0{,}0001} \text{ mol de Enxofre}$$

$$\mathbf{Mo} = \frac{0{,}245}{95{,}96} = \mathbf{0{,}0026} \text{ mol de Molibdênio}$$

$$\mathbf{Cu} = \frac{0{,}012}{63{,}546} = \mathbf{0{,}0002} \text{ mol de Cobre}$$

TOTAL: 1,7980 mol.

2) Supondo que todo Carbono (0,068 %peso) esteja como cementita, tem-se:
(Base de cálculo 100 g)

$$\frac{0{,}068 \,.\, (3 \,.\, A_{Fe} + A_C)}{A_C} = \frac{0{,}068 \,.\, (3 \,.\, 55{,}8452 + 12{,}0107)}{12{,}0107} = \mathbf{1{,}0165\ g\ (Fe_3C).}$$

A *massa de ferro presente na cementita* ($m^{Fe\text{-}Fe_3C}$) será dada por:

$m^{Fe\text{-}Fe_3C} = m^{Fe_3C} \,.\, 3 \,.\, A^{Fe} / A^{Fe_3C}$

$m^{Fe\text{-}Fe_3C} = 1{,}0165 \,.\, 3 \,.\, 55{,}8452 / (3 \,.\, 55{,}8452 + 12{,}0107) = 0{,}9485$ g de Fe na Fe_3C.

Portanto, a quantidade de ferro na ferrita é de:

97,277 - 0,9485 = 96,3285 g de Fe na α.

3) Frações volumétricas supondo apenas ferrita e cementita:

Densidade:

$\rho_{Fe_3C} = 7{,}60 \quad g/cm^3$

$\rho_{\alpha} = 7{,}85 \quad g/cm^3$

$$\rho_{Fe_3C} = \frac{m_{Fe_3C}}{V_{Fe_3C}} \quad \text{portanto,} \quad \mathbf{V_{Fe_3C}} = \frac{0{,}9485}{7{,}6} = 0{,}125\ cm^3.$$

$$\mathbf{V_{\alpha}} = \frac{96{,}3285}{7{,}85} = 12{,}271\ cm^3.$$

$$\mathbf{X_v^{Fe_3C}} = \frac{V_{Fe_3C}}{Total} = \frac{0{,}125}{12{,}396} = \mathbf{1{,}01\%.}$$

$$\mathbf{X_v^{\alpha}} = \frac{V_{\alpha}}{Total} = \frac{12{,}271}{12{,}396} = \mathbf{98{,}99\%.}$$

Assim como o ferro, outros elementos estão dispersos na Ferrita e representam 98,99% do volume total. Além deste elemento, contribuem para o magnetismo da liga o Co e Ni.

4) Polarização magnética de saturação:

J_{sFe} = 2,155 T.

J_{sFe_3C} = 1,240 T.

J_{sNi} = 0,6115 T.

J_{sCo} = 1,240 T.

5) Momento magnético atômico:

$M = J/\mu_0 = \Sigma m'/V$

$m'_{Fe} = 2{,}155 \cdot (0{,}2861 \cdot 10^{-9})^3 / 4.\pi.10^{-7} = 4{,}02 \cdot 10^{-23}$ / 2 átomos = $2{,}01 \cdot 10^{-23}$ A.m^2.

$m'_{Ni} = 0{,}6115 \cdot (0{,}3520 \cdot 10^{-9})^3 / 4.\pi.10^{-7} = 2{,}12 \cdot 10^{-23}$ / 4 átomos = $5{,}31 \cdot 10^{-24}$ A.m^2.

$m'_{Co} = 1{,}24 \cdot (6{,}629 \cdot 10^{-29}) / 4.\pi.10^{-7} = 6{,}54 \cdot 10^{-23}$ / 6 átomos = $1{,}09 \cdot 10^{-23}$ A.m^2.

n_{mol}^{Fe} = (mol de Fe) – (mol de C) . (mol^{Fe}/ mol^{C} na cementita)

n_{mol}^{Fe} = 1,7419 – 0,0057 . 3 = 1,7248 mol de ferro na ferrita.

n_{mol}^{Total} = 1,7980 – 0,0057 . 4 = 1,7752 mol totais na ferrita.

X_{molar}^{Fe} = 1,7248 / 1,7752 = 0,9716.

X_{molar}^{Co} = 0,0003 / 1,7752 = 0,00017.

X_{molar}^{Ni} = 0,0003 / 1,7752 = 0,00017.

Utilizando agora a **equação 6** para ferro α (CCC), tem-se:

$J_s^i / \mu_0 = (\Sigma X_{molar}^i \cdot m'^i) / V_c^i$

$J_s^\alpha / \mu_0 = 2 \cdot [(X_{molar}^{Fe} \cdot m'^{Fe}) + (X_{molar}^{Ni} \cdot m'^{Ni}) + (X_{molar}^{Co} \cdot m'^{Co})] / V_c^\alpha$

$J_s^\alpha / \mu_0 = 2[(0{,}9716 \cdot 2{,}01 \cdot 10^{-23}) + (0{,}00017 \cdot 5{,}31 \cdot 10^{-24}) + (0{,}00017 \cdot 1{,}09 \cdot 10^{-23})] / (0{,}2861 \cdot 10^{-9})^3$

$J_s^\alpha = 1{,}668 \cdot 10^6 \cdot 4 \cdot \pi \cdot 10^{-7}$

J_s^{α} = 2,096 T.

Supondo apenas ferrita e cementita, tem-se através da **equação 7**:

$J_{Sest} = X_v^{\alpha} \cdot J_s^{\alpha} + X_v^{Fe_3C} \cdot J_s^{Fe_3C} = 0{,}9899 \cdot 2{,}096 + 0{,}0101 \cdot 1{,}240 = 2{,}088$ T.

Os dados experimentais da polarização magnética de saturação para as amostras mais deformada e a revenida, fornecido pelo MAV IFUSP (2,088 e 2,089 T), são idênticos ao valor teórico estimado (2,088 T), que por sua vez difere 1,6% do maior valor obtido do histeresígrafo (2,054 T) e 0,7% da extrapolação de Chikazumi.

5.2.2. Comparação dos resultados experimentais de polarização magnética de saturação obtidos pelo histeresígrafo do IPT com o MAV – IFUSP

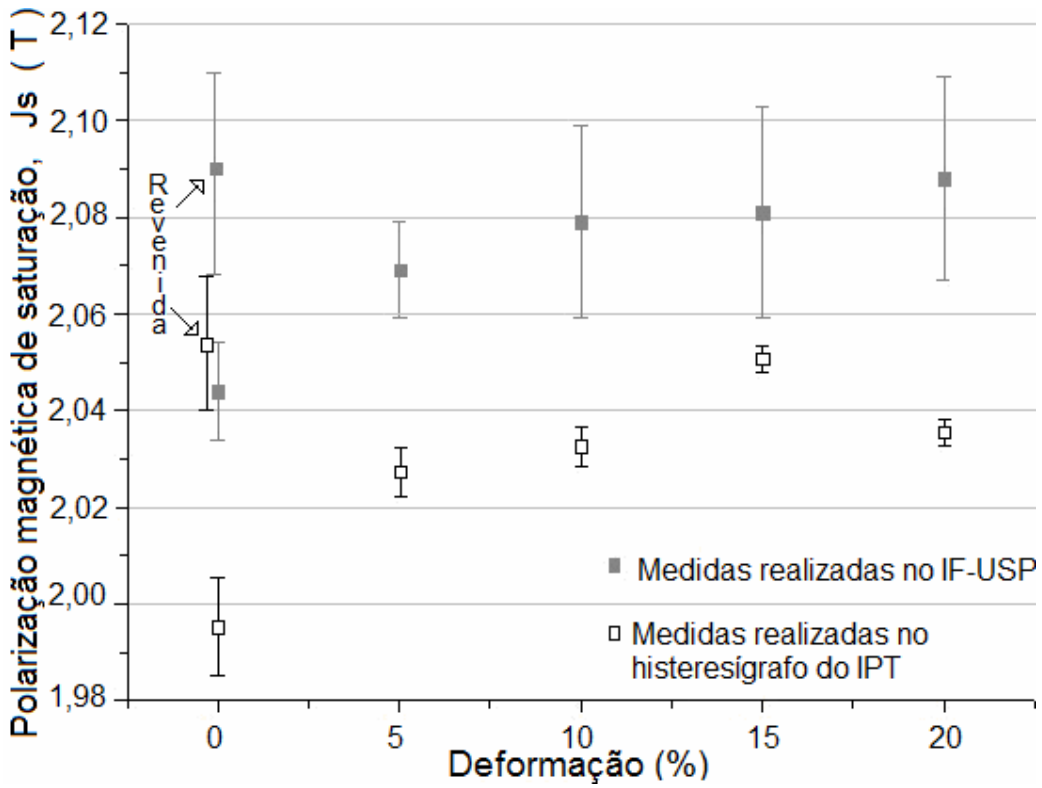


Figura 38: Comparação dos resultados de polarização magnética obtido pelo histeresígrafo com o método do $J_{máx}$ - IFUSP.

Observando os resultados apresentados na **Figura 38**, nota-se pelo histeresígrafo uma queda inconsistente da amostra 20% deformada, a qual não ocorre com os MAV. Para o histeresígrafo, a medida de polarização magnética de saturação tem seu pico na amostra revenida (2,054 T), seguida da deformada 15% (2,051 T), enquanto que pelo MAV a medida tem seu pico na amostra deformada 20% (2,088 T), o importante é que ambos resultados refletem uma maior participação de volume magnético no material deformado em relação a como se recebeu.

Usando a **equação 3** para as amostras deformadas e ensaiadas no histeresígrafo, a fração de austenita retida no aço como recebido foi estimada em 2,8%. GONZALEZ[6] usando o mesmo método obteve 3,4%.

A mesma **equação** 3 aplicada para as amostras deformadas e ensaiadas no MAV do IFUSP, resultam em 2,1% de γ_r presente no material como se recebeu.

O método de polarização magnética através de histeresígrafo mostrou-se sensível às dimensões da amostra. Amostras irregulares, com geometrias complexas, costumam resultar em erros. Em contrapartida, contou com desvios padrões menores que o MAV.

5.2.3. Comparação dos resultados experimentais de polarização magnética de saturação obtidos por dois diferentes MAV´s

A princípio não se deve esperar diferenças significativas de resultados entre os instrumentos de mesma concepção. A literatura indica que um ponto crítico para a exatidão da medida é a calibração do instrumento com Níquel puro, a qual é o procedimento de ambos os equipamentos. Os resultados estão comparados na **Figura 39**.

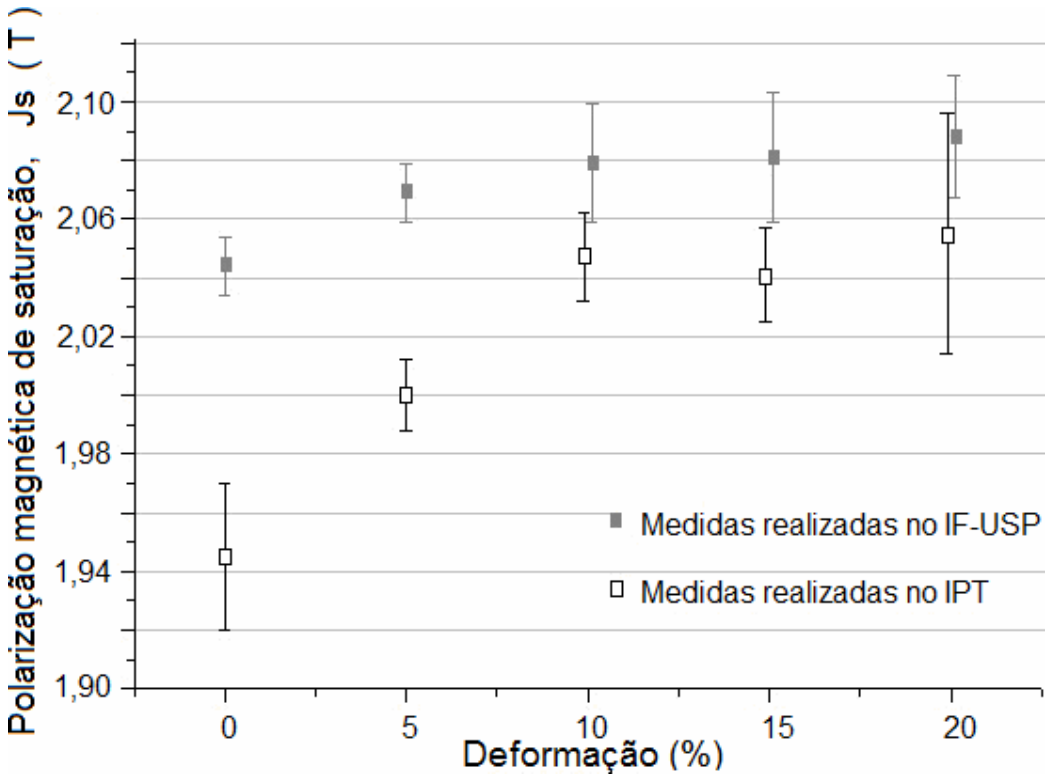


Figura 39: Comparação dos resultados de polarização magnética de saturação obtido pelo MAV do IPT com o MAV do IFUSP.

A diferença entre medidas é significativa. As explicações mais simples seriam de erros relacionados com a calibração ou erro humano (amostra mal posicionada, informações desencontradas etc.).

Notou-se depois que o padrão usado pelo IPT possuía em sua etiqueta identificadora uma pequena diferença em relação à sua massa real medida, fator que culminou para tais discrepâncias.

Sendo assim, os resultados utilizados daqui em diante pertencem ao MAV do IF-USP, cujo maior valor de J_s é semelhante ao teórico calculado.

A polarização magnética de saturação das amostras no estado como recebido nesta pesquisa e como recebido por GONZALEZ,[6] feitas tanto no MAV do IFUSP como do IPT, são maiores para o material nesta pesquisa estudado.

5.2.4. Determinação da polarização magnética de saturação pelo método de Chikazumi

O método mais comumente usado para determinar o valor de polarização de saturação de materiais com *campo coercivo* (H_c) pequeno (< 10.000 A/m), sem energia de anisotropia magnetocristalina significativa (<100.000 J/m^3), ou seja, materiais considerados "magneticamente moles", é o método da medida de J em altos campos. Com eletroímãs convencionais é relativamente fácil obter campos magnéticos da ordem de 1,6 MAm^{-1} (20 kOe), que devem ser suficientes para levar materiais magneticamente moles como o X80 à saturação magnética.

Como foi dito no item 2.6, Chikazumi sugeriu em seu livro[79] que o valor de saturação magnética deveria ser extraído da extrapolação da **equação 2**.

A **Figura 40** compara os valores obtidos, pelos dois métodos, para as amostras deformadas e como recebida deste estudo.

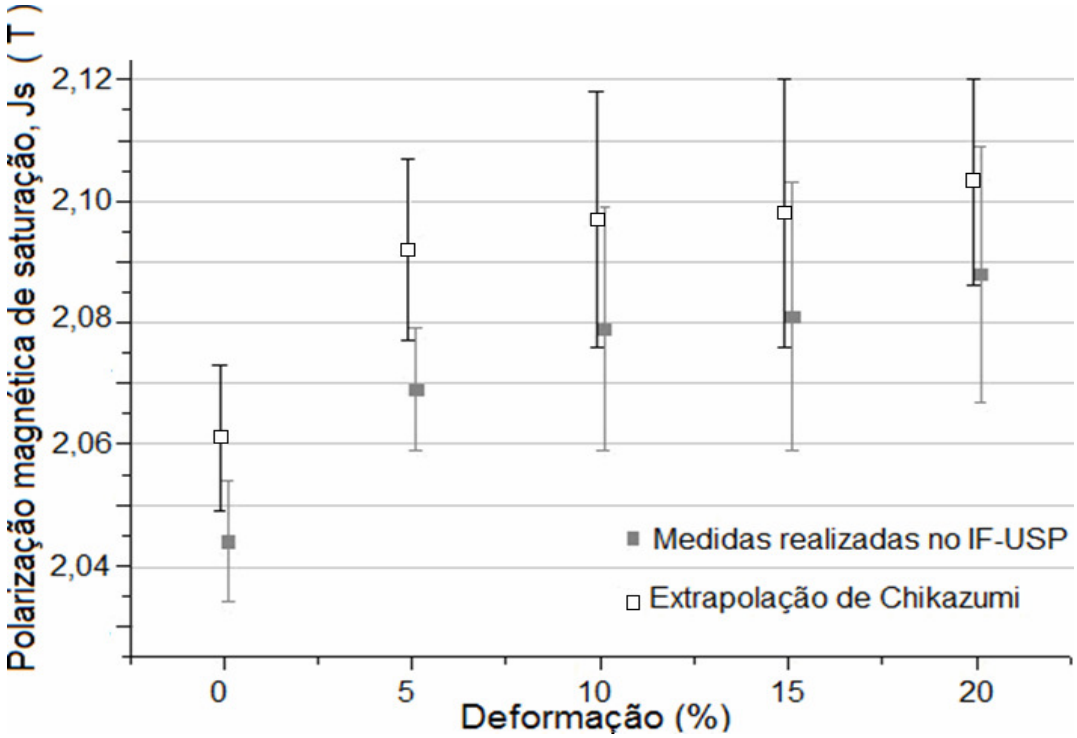


Figura 40: Comparação dos resultados de polarização magnética de saturação obtido pelo método do Chikazumi com o método do $J_{máx}$ - IFUSP.

O uso da **equação 2** proposta por Chikazumi[79] relacionou-se bem com os valores medidos e a maior diferença foi de 1%, sempre para mais.

Na série de medidas feitas na presente pesquisa, a saturação magnética do material como recebido conforme a extrapolação de Chikazumi, com os dados do MAV da Física, foi determinada como sendo 2,061 T e após deformação teria subido para 2,103 T. Comparado com o experimental medido tem-se 2,044 T inicialmente, sempre crescendo com as reduções impostas, atingindo 2,088 T.

Fazendo uso da **equação 3**, o valor que se obteve como resultado da quantidade de austenita retida (γ_r) pela extrapolação foi de 2%. Quando comparado com o valor de γ_r através do J_s medido no IFUSP a 1,44 MAm^{-1} (18 kOe), que é de 2,1% no material como recebido, percebe-se que a diferença é mínima, portanto, a medida por extrapolação é válida.

5.2.5. Revenimento

Não é possível garantir que a máxima deformação plástica transforma toda a austenita retida do constituinte AM.

O revenimento aumentou a polarização magnética das amostras já que este tratamento leva à decomposição da austenita em produtos de transformação dependentes de difusão, provavelmente bainita a 300°C. Outro fator pode ser que com a precipitação de carbonetos, a redução do teor de C na austenita retida elevou a temperatura M_s, permitindo a formação de martensita "fresca" no resfriamento pós-revenimento.

Para comparar os resultados das amostras revenidas, uma amostra cedida por GONZALEZ[6] também na condição revenida 300°C/ 2 h, foi re-medida no histeresígrafo do IPT. O referido autor encontrou o valor de 2,06 T e no presente trabalho, o valor desta amostra foi praticamente o mesmo, de 2,054 T. De maneira geral, a polarização magnética de saturação medida em **histeresígrafo** foi menor em todas as amostras do que para os **MAV´s**.

As amostras revenidas da atual pesquisa possuem J_s igual a 2,054 ± 0,014 T e comparando os métodos para estas amostras a diferença é de 1,7% entre histeresígrafo (2,054 T) e MAV do IFUSP (2,089 T), e 0,5% entre histeresígrafo e MAV do IPT (2,064 T).

As amostras revenidas neste estudo forneceram os mais altos valores de polarização magnética de saturação, muito próximo ao valor das amostras mais encruadas. Chegando a ser quase igual ao valor de J_s teórico.

A diferença entre amostras revenidas é de 1,2% comparando-se os MAV´s.

5.2.6. Sub-zero

As medidas de polarização magnética através do MAV IFUSP indicaram não haver alteração na polarização magnética de saturação, J_s, destas amostras, porém os resultados da difração revelam que isto não é totalmente verdade, conforme será dito na subseção 5.5 sobre as amostras tratadas termicamente. Por outro lado, pode se observar a mesma tendência aos maiores valores de J_s obtidos em outras amostras.

5.3. DEFORMAÇÃO E DUREZA

Através do gráfico da microdureza em função da espessura (**Figura 27**) confirma o que se vê por microscopia óptica. Há diferença de dureza comparando-se as superfícies da chapa em relação ao seu interior, mais dúctil.

Os resultados de dureza não permitem discriminar a contribuição causada pela transformação induzida por deformação.

A alta estabilidade dos últimos resíduos de γ_r deve ser explicada pelas restrições cristalográficas que sua decomposição para martensita requer.

Nesta pesquisa encontrou-se que a transformação da austenita retida tem como consequência um valor maior do que o normal para o *coeficiente de encruamento* (n)[86] destes aços. Na falta de curvas tensão – deformação para as

amostras aqui investigadas, foi buscada uma aproximação utilizando as equações de Hollomon ($\sigma = K.\varepsilon^n$) e os dados de dureza em cada condição deformada plasticamente por laminação. Para estimar um valor para o coeficiente de encruamento com base nos valores de dureza, foi feita uma hipótese simplificada, a qual o valor do termo de escoamento possa ser estimado com base na expressão que correlaciona tensão (MPa) com dureza, conforme **as equações** a seguir.[87]

$\sigma_v = \sigma \cdot (1 + \varepsilon)$ **... (Eq. 8)**

$\varepsilon_v = \ln (1 + \varepsilon)$ **... (Eq. 9)**

$\sigma = 3{,}45 \cdot HB$ **... (Eq. 10)**

Onde: ε é a deformação de engenharia (ou específica), ε_v é a deformação verdadeira, σ é a tensão de de engenharia e σ_v, a verdadeira. Os valores estão na **Tabela 18**.

Com os pontos no gráfico di-log de σ_v x ε_v (**Figura 41**) traçou-se uma linha reta de tendência e o coeficiente angular da mesma forneceu o *coeficiente de encruamento* (n) de valor aproximado a 0,18 para o aço X80 estudado.

Tabela 18: Para o cálculo do coeficiente de encruamento do aço X80 foi necessário conhecer a deformação e dureza (HV e HB são as durezas Vickers e Brinell, respectivamente).

ε	ε_v	(HV)	(HB)	σ	σ_v (MPa)	Log σ	Log ε
0,050	0,049	240	228	787	825	2,92	-1,31
0,100	0,095	250	239	825	903	2,96	-1,02
0,150	0,140	266	253	873	995	3,00	-0,85
0,200	0,182	271	257	887	1048	3,02	-0,74

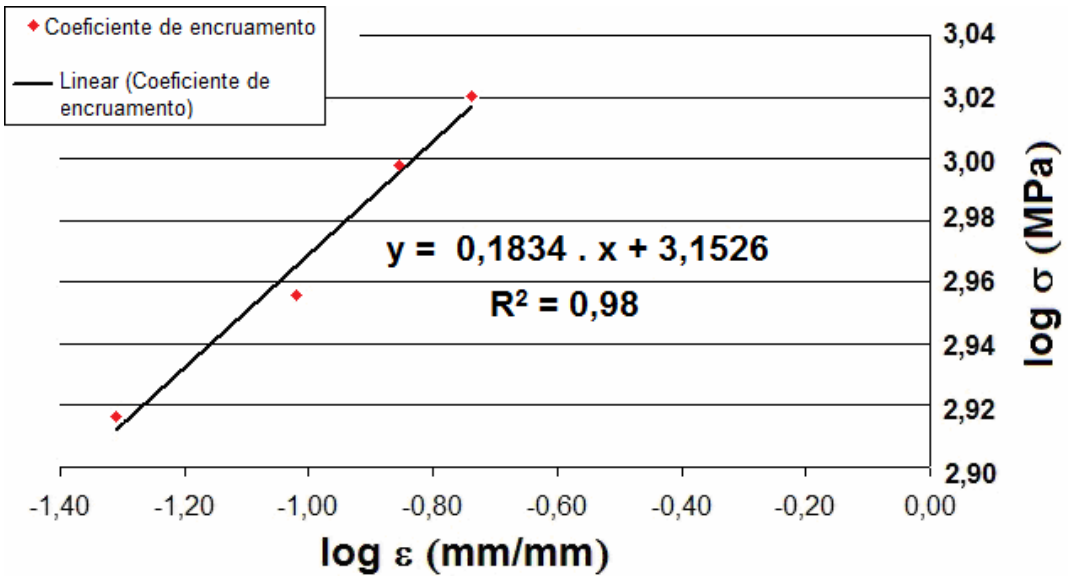


Figura 41: Cálculo do coeficiente de encruamento do aço X80 através do logaritmo da deformação (ε_v) pelo logaritmo da tensão de resistência (σ_v).

A **Figura 42** a seguir, mostra a curva tensão - deformação do mesmo aço estudado no presente trabalho, sendo levantada por PASSAGEM.[26]

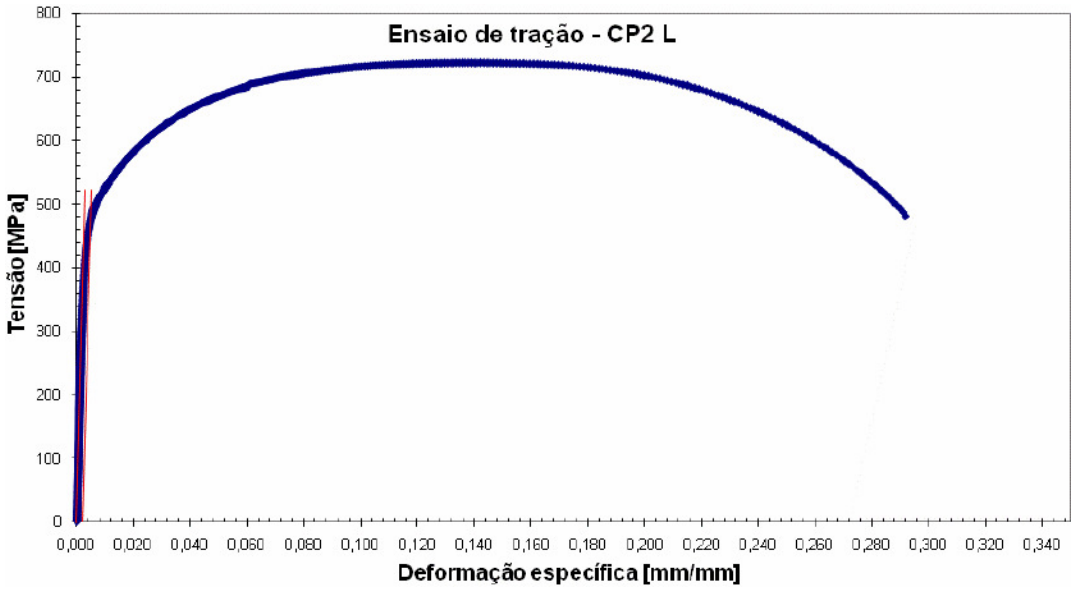


Figura 42: Curva tensão - deformação[26] para o aço X80 estudado.

Através da **Figura 42** obteve-se os pontos que culminaram na **Tabela 19**, resultando coeficiente de encruamento de valor aproximado a 0,17 para o aço X80 medido por ele, conforme a **Figura 43**.

Tabela 19: Tabela obtida através da curva tensão – deformação[26] do aço X80.

ε	ε_v	σ (MPa)	σ_v (MPa)	Log σ	Log ε
0,012	0,012	540	546	2,74	-1,92
0,028	0,028	600	617	2,79	-1,56
0,040	0,039	640	666	2,82	-1,41
0,060	0,058	680	721	2,86	-1,23
0,088	0,084	700	762	2,88	-1,07

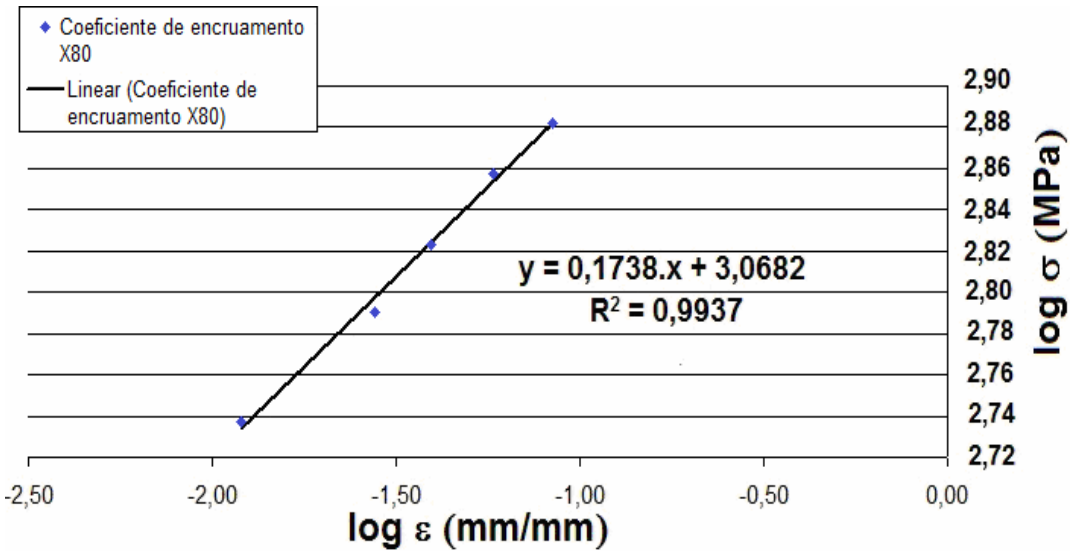


Figura 43: Coeficiente de encruamento obtido através da curva tensão – deformação do aço X80.[26]

O valor do coeficiente de encruamento varia no intervalo de $0 \leq n \leq 1$. O coeficiente de encruamento se relaciona com a capacidade do material em se deformar sem o desenvolvimento de estricção. Quanto maior seu valor maior o alongamento uniforme.

Portanto, o valor do coeficiente de encruamento calculado para este X80 através dos valores verdadeiros obtidos da curva tensão – deformação é de 0,17 e de 0,18 através da dureza, diferença de 5%.

Substituindo na equação de Hollomon, os valores do coeficiente de resistência (K) são 1,415 e 1,158 GPa, para a pesquisa atual e para a curva da referência,[26] respectivamente.

5.4. DENSIDADE DE MASSA

A **Figura 37** também indica a diminuição dos valores de densidade conforme a austenita se transforma. A explicação disto é por causa das diferenças no fator de empacotamento das fases envolvidas. A austenita CFC possui fator 0,74 enquanto a fase nova possui o valor próximo a 0,68.

A variação de densidade de massa determinada por método hidrostático foi de 7,8500 g/cm^3 no material como recebido, para 7,8399 g/cm^3 no material deformado. Estas medidas de densidade indicam dilatação de 0,13%. Utilizando-se da **Figura 7** como referência, encontra-se o gráfico da **Figura 44** (dados no **ANEXO D**). Assim, para uma austenita de teor 0,8% C o valor equivale a 4,1% de expansão, contrariando a referência[70] no sentido de que a expansão é inversamente proporcional ao teor de carbono. A equação para a expansão da transformação em função do teor de carbono encontrada é muito próxima a da referência,[71] onde ΔV = 4,64 – 0,53 **.** (% C).

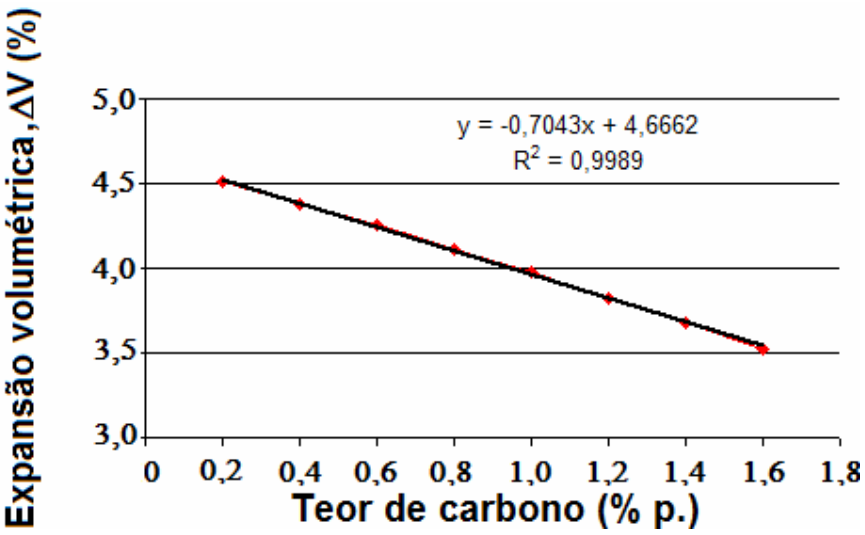


Figura 44: Reta média da expansão volumétrica para aços em função do teor de C através do parâmetro de rede após transformação $\gamma \rightarrow \alpha$M.

A dilatação de 0,13% encontrada equivale a 3,2% de austenita retida se transformando em martensita com 4,1% de expansão, conforme a seguinte relação: 3,2 **.** 0,041 = 0,13. Em outras palavras, supondo que a expansão da transformação

martensítica por deformação da austenita do constituinte AM seja de 4,1%, a medida de densidade indica que a quantidade de austenita retida inicialmente no aço X80 seja de 3,2%. A precisão deste método é diretamente proporcional à precisão da balança.

Foi medida a densidade hidrostática de uma amostra **revenida** por GONZALEZ[6], seu valor foi de 7,8440 g/cm^3, também diferindo da densidade do material como recebido por 0,08%. Conforme a referência[71] a expansão da transformação de austenita para bainita inferior segue outra equação, sendo igual a $\Delta V = 4{,}64 - 1{,}43 \cdot (\%\ C)$. Considerando que a austenita prévia contenha 0,8% C, a expansão será de 3,5%. Novamente, 0,08 = 0,035 . 2,3. Ou seja, a medida de densidade aplicada à amostra revenida sugere que a quantidade de austenita retida transformada seja igual a 2,3% e a difração de raios X feita na amostra revenida desta pesquisa mostra uma quantidade remanescente de austenita após tratamento térmico, validando mais uma vez a hipótese de medida de transformação através da densidade.

A densidade hidrostática é um método plausível para mensurar transformações induzidas por deformação e/ou variações dimensionais, mas depende de muitos fatores para revelar medidas aceitáveis, como o efeito da transformação martensítica na expansão do material. A balança ideal teria a incerteza no sexto algarismo devido à relevância destes últimos algarismos no resultado final, quando substituídos na equação 4. Por este método não se mede de forma fácil peças de grandes proporções e a medida também depende muito do operador, pois varia de acordo com a limpeza das amostras, da verificação da inexistência de bolhas na superfície e do manejo com o aparelho.

5.4.1. Comparação das medidas de austenita retida por densidade e por polarização magnética de saturação

Conforme a **Tabela 20** a seguir, a medida por densidade considerando que a austenita do constituinte AM tenha 0,8% de C e se expanda 4,1% devido à transformação $\gamma_r \rightarrow \alpha M$, sugere que o teor de γ_r do material original seria de 3,2%, enquanto a medida de polarização magnética por histeresígrafo (IPT) permitiu estimar 2,8%. As medidas por MAV foram estimadas em 2,1% e 5,3%, para IFUSP e IPT, respectivamente. A estimativa da incerteza das medidas de densidade e polarização é complexa e ficou fora dos objetivos deste trabalho.

Tabela 20: Comparação da quantidade de γ_r através dos resultados de densidade hidrostática e polarização magnética de saturação.

Deformação (%) ou tratamento térmico	Densidade (g/ cm^3)	%γr assumindo $\Delta V = +4,1\%$	Polarização de saturação, J_s (T) MAV_{IFUSP}	%γr por J_s MAV_{IFUSP}	J_s (T) Histere-sígrafo	%γr por J_s Histere-sígrafo
0	7,8500 ± 5.10^{-4}	3,16	2,044 ± 0,010	2,10	1,996 ± 0,010	2,82
5	7,8455 ± 8.10^{-4}	1,77	2,069 ± 0,010	0,91	2,028 ± 0,006	1,24
10	7,8398 ± 4.10^{-4}	0	2,079 ± 0,020	0,43	2,033 ± 0,004	1,00
15	7,8399 ± 3.10^{-4}	0	2,081 ± 0,022	0,33	2,051 ± 0,002	0
20	7,8401 ± 4.10^{-4}	0	2,088 ± 0,021	0	2,035 ± 0,002	0
Revenida	7,8440 ± 10^{-2}	0,98*	2,089 ± 0,028	0	2,054 ± 0,014	0

* assume-se ΔV = 3,5% devido à transformação de austenita para bainita.

5.5. DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Conforme **Figura 32** a **Figura 35** nota-se o que diz a literatura, a deformação está diminuindo a intensidade na inflexão dos picos da ferrita e há alargamento em sua base, sem mudanças no parâmetro de rede com estas deformações. A carta da ferrita de um ferro “puro” (**ANEXO E**) diz que o primeiro pico reconhecido como

pertinente à fase ocorrerá quando 2θ for próximo a 45,067°, o valor medido foi 44,911°.

As mesmas figuras indicam mais nitidamente na amostra como recebida, um pico pequeno perto dos 43,65°, muito próximo do primeiro pico reconhecido como sendo da austenita, outro aos 50,90° e outro aos 74,58° no plano (2 2 0). Comparando-se o resultado do parâmetro de rede obtido por DRX (3,5897 Å) à **Figura 7**, o teor de carbono na austenita do AM seria de 0,8% p. Eventuais diferenças podem ser atribuídas à carta de comparação (**ANEXO F**), pois não se trata do mesmo material e/ou tensões residuais.

A difração mostra que os picos reconhecidos como da austenita diminuíram para todas as amostras quando comparadas com o estado como recebido. Este comportamento indica transformação desta fase em outra, transformação qual depende do processo que a gerou. Para as amostras deformadas, a redução foi gradual e cada vez com menor intensidade mantendo-se a redução constante. Para as amostras tratadas termicamente (revenimento e subzero), o pico da austenita diminuiu, mas não aos níveis de ruídos de fundo, este caso ocorreu apenas na amostra deformada 15% e tratada criogenicamente. Em relação à amostra como recebida os tratamentos subzero diminuíram todos os picos da ferrita, exceto no plano (2 0 0) da amostra deformada previamente. O revenimento, como a deformação, alargou a base dos picos da ferrita enquanto o subzero não, o revenimento fez aumentar muito o primeiro (1 1 0) e quarto (2 2 0) picos da ferrita enquanto nos subzeros ao contrário, diminuíram.

Confirmou-se o que diz a literatura,[85] que quanto menor for o ângulo de difração menos preciso é o ajuste para o método dos co-senos ao quadrado.

6. CONCLUSÕES

A deformação plástica entre 5 e 20% aplicada em um aço API X80 alterou a polarização magnética de saturação e a densidade de massa de forma compatível com a redução da quantidade de austenita retida. Como a literatura afirma que a deformação do processo UOE é próxima a 10% nas superfícies, é possível supor que este reduza a níveis mínimos a quantidade de austenita retida no constituinte

AM. Os tratamentos térmicos tiveram os mesmos efeitos para J_s e a densidade, atribuídos à decomposição da austenita metaestável do constituinte AM.

A aplicação de 20% de deformação como redução de área resultou em uma expansão volumétrica de 0,13%, o que é compatível com a eliminação de 3,2% de austenita retida ao se considerar 4,1% a expansão devida à transformação martensítica de uma austenita com 0,8% C, portanto TCC. O método de densidade hidrostática é sensível para mensurar transformações de fase induzidas por deformação, sendo possivelmente útil em produtos de precisão onde a variação volumétrica se torna relevante. Mas depende muito do procedimento experimental, que se seguido corretamente, revela medidas reprodutíveis.

A medida da fração volumétrica de austenita retida por MAV resultou em 2,1%, sendo perceptível a sensibilidade à calibração do instrumento, a qual depende de características do padrão de Ni. Houve diferença de resultados entre instrumentos e técnicas de medição da polarização magnética.

O cálculo teórico da polarização de saturação do material sem austenita (2,088 T) foi idêntico ao valor experimentalmente medido na amostra revenida e 20% deformada (2,089 T, dados do MAV - IFUSP), 0,7% do valor obtido pela extrapolação de Chikazumi (2,103 T) e 1,6% para o maior valor obtido pelo histeresígrafo (2,054 T). O uso da técnica de determinação da saturação magnética por extrapolação é mais rigorosa, mas não acrescenta precisão à medida da fração volumétrica de austenita retida. O histeresígrafo apresenta menores desvios padrões comparados ao MAV, mas mostrou-se sensível as dimensões da amostra.

Foi possível detectar a presença de picos de austenita por difração de raios X. O pico correspondente ao plano $(111)^{\gamma}$ ainda subsistiu nas amostras tratadas termicamente (revenida 300°C/ 2 h e -196°C/ 4 h), e nas amostras mais deformadas, só desaparecendo na amostra que foi deformada e depois tratada criogenicamente. A quantidade de carbono na austenita do constituinte AM através do cálculo do parâmetro de rede obtido por DRX indica 0,8% de C em peso quando se compara à **Figura 7**.

Utilizar a equação de Hollomon para encontrar o coeficiente de encruamento através da dureza relacionou-se bem com o encontrado pela curva tensão – deformação obtida em ensaio de tração, diferença de 5%.

Através da metalografia com ataque Klemm nota-se, além da ferrita de cor azul, uma grande quantidade de pequenas regiões não atacadas, consideradas como constituinte AM, cuja fração de área obtida por esteorologia quantitativa resultou em 7%. Este valor maior deve-se ao fato da martensita do constituinte AM não ser atacada pelo reagente, permitindo considerar que este constituinte é uma mistura de parte iguais.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Instituto Aço Brasil. Disponível em: http://www.acobrasil.org.br. Acesso em 12 jul 2011.

2. RedePetro Brasil. Disponível em: http://redepetrobrasil.org.br. Acesso em 13 jul 2011.

3. REBELLO, J. M. A.; SAUER A. O constituinte Austenita-Martensita (AM). Resumo – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro. p. 19. 1996. Disponível em http://buschinelli.emc.prof.ufsc.br/ZF%20-%20artigo%20Rebello-ConstitA-M.pdf. Acesso 13 ago 2013.

4. SHERIF, M. Y.; et al. Stability of retained austenite in TRIP – assisted steels. Materials Science and Technology, v. 20, n. 3, p. 319 – 322. 2004.

5. WASILKOWSKA, A.; et al. Microstructure and tensile behaviour of cold – rolled TRIP - aided steels. 11th International scientific conference. Achievements in mechanical & materials engineering. p. 601 – 606. 2002.

6. GONZALEZ, R. M. F. Estudo da transformação durante o resfriamento contínuo e da microestrutura do aço microligado X80 utilizado na construção de tubos para transporte de gás natural e petróleo. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, p. 158, 2008.

7. American Petroleum Institute. Disponível em: http://www.api.org. Acesso em 15 jul 2011.

8. ZHAO, M.; et al. Lath Boundary thin-film martensite in acicular ferrite ultralow carbon pipeline steels. Materials Science and Engineering A 395, p. 327 – 332, 2005.

9. TERADA, Y.; et al. High strength linepipes with excellent HAZ toughness. Nippon steel technical report, n. 90, 2004.

10. HILLENBRAND, H.; et al. Development of grade X120 pipe material for high pressure gas transportation lines. 4th International conference on pipeline technology, 2004.

11. BELLENTANI ROCHA, D. Estudo da soldabilidade do tubo API 5L X80 utilizando os processos de soldagem: MAG com transferência controlada e eletrodo tubular. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, p. 20 – 40, 2010.

12. Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração. Disponível em: http:// www.cbmm.com.br. Acesso em 11 ago 2011.

13. BOTT, I. S. el Al. High-Strength Steel Development for pipelines: A Brazilian Perspective. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 36A, p. 443 – 454. 2005; ROZA, E. J. et Al. API 5L X80 ERW Pipelines: TenarisConfab & Usiminas Development. 6th, International Pipeline Conference, 2006. Proceedings. Alberta, Canadá, American Society of Mechanical Engineers, 2006. 7 p. apud BELLENTANI ROCHA, D. Estudo da soldabilidade do tubo API 5L X80 utilizando os processos de soldagem: MAG com transferência controlada e eletrodo tubular. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, p. 20 – 40, 2010.

14. BAI, Y. Pipelines and risers. Elsevier Ocean Engineering Book Series. v. 3, p.388, 2001.

15. TSIPOURIDIS, P. Mechanical properties of dual phase steels. Ed. Hieronymus. p. 115. 2006.

16. GORNI. A. A.; BRANCHINI. O. A produção de chapas de aço bifásico. Máquinas e metais, 1989.

17. KRAUSS, G. Steels: Processing, structure and performance (#05140G). ASM Internacional, 2005.

18. FURUKAWA, T.; et al. Process factors for cold-rolled dual-phase sheet steels. Technical report. Transactions ISIJ, v. 21, p. 812-819, 1981.

19. LIAN, S. e HUA, L. Effect of retention and mechanical stability of retained austenite on tensile properties in low carbon alloy triphase steel. Materials Science and Technology. v. 11, p. 499-507, 1995.

20. Instituto Nacional dos Distribuidores de Aço. Disponível em: www.inda.org.br acesso 28 jul 2011.

21. SILVA, M. C. Caracterização das propriedades mecânicas e metalúrgicas do aço API 5L X80 e determinação experimental de curvas de J-R para avaliação da tenacidade a fratura. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, p. 96, 2004.

22. Usiminas. Disponível em: http://www.usiminas.com/irj/go/km/docs/prtl_xml/usiminas/noticias/pt/c0d86d13-a512-2e10-d583-abe4a9b9b896.xml acesso 23 mai 2011.

23. MALCOLM, J. G. A guide for understanding and specifying chemical composition of high strength linepipe steels. Technical Report, EWI Microalloying. CBMM. July, 2007.

24. KYRIAKIDES, S.; CORONA, E. Mechanics of offshore pipelines: Buckling and collapse, v. 1. Ed. Elsevier. Reino Unido. p. 59 – 88, 2007.

25. KOSTRYZHEV, A.; STRANGWOOD, M.; DAVIS, C. Influence of microalloying precipitates on Bauschinger effect during UOE forming of linepipe steels. Materials Technology, v. 22, n. 3, p. 166 – 172, 2007.

26. PASSAGEM, F. C. L. Análise crítica de determinação da curva mestre (ASTM E 1921) aplicado a um aço da classe API 5L X80. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, p. 228, 2010.

27. TenarisConfab. Disponível em: http://www.tenaris.com/TenarisConfab/pt/prodser/proceso_sawlong.aspx Acesso em 23 mai 2011.

28. KRAUSS, G.; THOMPSON, S. W. Ferritic microstructures in continuously cooled low and ultra-low carbon steels. ISIJ International, v. 35, N. 8, p. 937 – 945, 1995. Atlas microestrutural.

29. ROTHERY, W. H. Estrutura das ligas de ferro. Ed. Edgard Blücher Ltda. São Paulo. p. 214, 1968.

30. AARONSON, H. I. Proeutectoid ferrite and the proeutectoid cementite reactions. Metallurgy Department, Scientific Laboratory, p. 391, 1961.

31. ARAKI, T.; ENOMOTO, M.; SHIBATA, K. Microstructural aspects of bainitic and bainite-like ferritic structures of continuously cooled low carbon (<0,1%) HSLA steels. Materials Transactions, JIM, v. 32, n. 8, p. 729 – 736, 1991.

32. YANG, J. R. et al.; Acicular ferrite transformation in deformed austenite of an alloy-steel weld metal. Journal of Materials Science Lett., v. 30, n. 19, 1993.

33. GORNI, A. A. Desenvolvimento de aços alternativos aos materiais temperados e revenidos com limite de resistência entre 600 e 800 MPa. Tese (Doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, p. 120, 2001.

34. MATSUMURA, O.; SAKUMA, Y. e TAKECHI, H. Retained austenite in 0,4C-Si-1,2Mn steel sheet intercritically heated and austempered. ISIJ International, v. 32, n. 9, p. 1014-1020, 1992.

35. MATSUMURA, O.; SAKUMA, Y. e TAKECHI, H, O. Enhancement of elongation by retained austenite in intercritical annealed 0,4C-1,5Si-0,8Mn steel. Transactions ISIJ International, v. 27, p. 570-579, 1987.

36. SAKUMA, Y.; MATSUMURA, O. e TAKECHI, H. Mechanical properties and retained austenite in intercritically heat-treated bainite-transformed steel and their variation with Si an Mn additions. Metallurgical Transactions A. v. 22A, p. 489-498, 1991.

37. SAKUMA, Y.; MATSUMURA, O. e AKISUE, O. Influence of C content and annealing temperature on microstructure and mechanical properties of 400°C transformed steel containing retained austenite. ISIJ Internacional, v. 31, n. 11, p. 1348-1353, 1991.

38. JEONG, W. C. e KIM, C. H. On the isolated retained austenite in a dual-phase steel. Metallurgical Transactions A, v. 18A, p. 933-934, 1987.

39. HARRIS, W. J.; COHEN, M. Stabilization of the austenite-martensite transformation. Metals Technology, p. 447-470, 1948.

40. BAI, D. Q.; CHIRO, A.; YUE, S. Stability of retained austenite in a Nb microalloyed Mn-Si TRIP steel. Materials Science Forum Vols. 284 – 286, p 253 – 262, 1998.

41. DIMATTEO, A. et al.; Microstructures and properties of transformation induced plasticity steels. Paper 2nd International Conference Heat treatment and surface engineering in automotive applications, La Metallurgia Italiana, Acciaio, memorie 11 – 12, p. 37 - 41, 2005.

42. MATSUMURA, O; et al. Effect of retained austenite on formability of high strength sheet steels. ISIJ Internacional, v. 32, n.10, p. 1110-1116, 1992.

43. HUANG, H.; MATSUMURA, O. e FURUKAWA, T. Retained austenite in low carbon, manganese steel after intercritical heat treatment. Material Science and Technology, v.10, p. 621-626,1994.

44. HAIDEMENOPOULOS, G. e PAPADIMITRIOU, K. Retained austenite and mechanical properties in bainite transformed low alloy steels. Steel Research 66, n. 10, p. 433-438, 1995.

45. ANNIBAL, E. G.; et al. Desenvolvimentos recentes em aços trip aplicáveis na indústria automobilística: Uma revisão. XII Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica. Paper CRE05-CM02, p. 6, 2005.

46. NISHIYAMA, Z. Martensitic transformation. Kawasaki, Japan. New York Academic Press. p. 467, 1978.

47. THELNING, K. E. Steel and its heat treatment. Ed. Butterworth. p. 21, 1975.

48. TIMOKHINA, I.B; et al. Met. Mat. Trans. A, v. 35, n. 8, p. 2331 – 2341, 2004.

49. ZHAO, J. C.; NOTIS, M. R. Continuous cooling transformation kinectics versus isothermal transformation kinectics of steels: a phenomenological rationalization of experimental observations. Materials Science and Engineering Reports, v. 15, issues 4-5, p. 135 – 207, 1995.

50. HONEYCOMBE, R. W. K. Steels – Microstructure and properties. Edward Arnold, London. p. 348. 1981.

51. TEIXEIRA, M. G. Análise numérica por elementos finitos de tensões residuais geradas por mudança de fase em aços tratados termicamente. Tese (Doutorado) –

Dep. Engenharia Civil, Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, p. 65, 2002.

52. MUKHERJEE, M; SINGH, S. B.; MOHANTY, O. N. Deformation-induced transformation of retained austenite in transformation induced plasticity-aided steels: A thermodynamic model. Metallurgical and Materials Transactions A, v. 39A, p. 2319-2328, 2008.

53. FERRER, M. H. Estudo das transformações de fase de aços TRIP ao Si – Mn microligados com Nb. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, p. 238, 2003.

54. COSTA E SILVA, A.L.; MEI, P. R. Aços e ligas especiais. Eletrometal. São Paulo, p. 69 – 76, 1988.

55. STRINGFELLOW, R. G.; PARKS, D. M.; OLSON, G. B. A constitutive model for transformation plasticity accompanying strain induced martensitic transformations in metastable austenitic steels. Acta Metallurgica, v. 40, n. 7, p. 1703-1716, 1992.

56. KARIMI, M. B. et al. Effect of rolling strain on transformation induced plasticity of austenite to martensite in a high-alloy austenitic steel. Journal of Materials Processing Technology, 203. p. 349 – 354. 2008.

57. NISHIYAMA, Z. Martensitic transformation. Kawasaki, Japan. New York Academic Press. p. 283, 1978.

58. ----. Martensitic transformation. Kawasaki, Japan. New York Academic Press. p. 273, 1978.

59. SCHEIL, E. Z. Anorg. allgem. chem., v. 207, p. 21, 1932.

60. WASSERMANN, G. Influence of tensile stress during martensitic transformation on the microstructure of an iron-nickel alloy. Arch. Eisenhüttenwes, v. 10, p. 321, 1937.

61. ZACKAY, V. F.; et al. Trans. ASM, v. 60, p. 252, 1967 apud CHANANI, G. R.; ZACKAY, V. F. e PARKER, E. R. Tensile properties of 0,05 to 0,20 %C Trip steels. Metallurgical Transactions, v. 2, p. 133-139, 1971.

62. SUGIMOTO, K.; et al. Effects of volume fraction and stability of retained austenite on ductility of trip-aided dual-phase steels. ISIJ Internacional, v. 32, n. 12, p. 1311-1318, 1992.

63. ZAREI-HANZAKI, A. et al. Austenite flow stress behaviour during continuous cooling through the metastable austenite region. Acta Metallurgica et Materialia, v. 43, 2, p. 569-578, 1995.

64. LEE, C. G.; et al. Effects of volume fraction and stability of retained austenite on formability in a 0,1C-1,5Si-1,5Mn-0,5Cu TRIP aided cold-rolled steel sheet. Materials Science and Engineering A, v. 371, 1-2, p. 16-23, 2004.

65. SCHMIDT, I. Metastable ferrous austenite - Consequences on fracture and tribology. Esomat 1989, p. 361-372, 1989.

66. DEL SANT, R. Estudo da transformação da austenita retida em martensita induzida por deformação plástica em aços multifásicos. Tese (Doutorado) – Faculdade de engenharia Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, São Paulo, p. 159, 2010.

67. ROBERTS, C.S. Effect of carbon on the volume fractions and the lattice parameters of retained austenite and martensite. AIME, Trans., v. 197, p. 203, 1953.

68. COSTA E SILVA, A.L.; MEI, P. R. Aços e ligas especiais. Eletrometal. São Paulo, p. 134, 1988.

69. PATEL, J. R.; COHEN, M. Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation. Acta Metallurgica, v. 40, n.7. Great Britain, p. 1703 – 1716, 1992.

70. MAGEE, C. L.; DAVIES, R. G. On the volume expansion accompanying the fcc to bcc transformation in ferrous alloys. Acta Metallurgica, p. 1037, v. 20, n.8, 1972.

71. LEMENT, B. S. Distortion in tool steels, ASM, p. 40, 1959.

72. SANDIM, H. R. Z. Heterogeneidades de deformação: Uma visão microscópica. II Workshop sobre textura e relações de orientação, 2003, São Paulo. Anais do II Workshop sobre textura e relações de orientação. São Paulo: EPUSP-IPEN-IPT, p. 19-34, 2003.

73. BARRET, C. S. Structure of metals. McGraw-Hill, New York, 1952.

74. KESTENBACH, H. Estudos de textura no microscópio eletrônico de transmissão. I Workshop sobre textura e relações de orientação na deformação plástica, recristalização, crescimento de grão, São Paulo, p. 411-440, 2003.

75. SILVA, M. C. A.; CAMPOS, M. F.; LANDGRAF, F. J. G.; FALLEIROS, I. G. S. Heterogeneidades de deformação a frio de um aço elétrico com 1,25% Si. Contribuição técnica apresentada no 61° Congresso Anual da ABM, de 24 a 27 de julho, Rio de Janeiro, RJ, 2006.

76. AJUS, C.; et al. Magnetic properties and retained austenite quantification in SAE 4340 steel. Matéria (Rio J.), v. 14, n. 3, 2009.

77. ZHAO, L.; et al. Magnetic and X-ray diffraction measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels. Materials Science and Engineering A313, p. 145 – 152, 2001.

78. CRANGLE, J.; GOODMAN, G. M. The magnetization of pure iron and nickel. Proc. Roy. Soc. Lond. A321, p. 477 – 491, 1971.

79. CHIKAZUMI, S. Physics of Magnetism. J. Wiley, 1964.

80. BOZORTH, R. M. Ferromagnetism, Bell Laboratories series, D. Van Nostrand Company, Inc., p. 368, 1951.

81. NETO, H. B. Comportamento magnético do aço ABNT 4340 temperado e revenido. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, p. 128, 2005.

82. FONER, S. Versatile and sensitive vibrating sample magnetometer. Rev. Sci. Instrum. V. 30, n. 7, p. 548-557, 1959.

83. ----. The vibrating sample magnetometer experiences of a volunteer (invited). Journal of applied Physics, v. 79, n.8, p. 4740-4745, 1996.

84. SAMPAIO, M. A. C. A. et al. Estudo das propriedades mecânicas do aço API 5L – X80 produzido através do processo de laminação controlada. Contribuição técnica ao 44° Seminário de laminação, processos e produtos laminados e revestidos da ABM – Campos do Jordão, SP, 16 a 19 de outubro de 2007.

85. CULLITY, B.D. Elements of X – ray diffraction. Department of metallurgical engineering and materials science University of Notre Dame, p.555, 1978.

86. ASTM. Norma ASTM E646 – 07. Standard test method for tensile strain-hardening exponents (n – values) of metallic sheet. Current edition approved December 6, 2012.

87. CALLISTER, W. D. Materials science and engineering An introduction. John Wiley & Sons, Inc. New York, NY, 1991.

ANEXO A – Perfil de dureza feito para todas as amostras, em detalhe o da amostra como recebida.

0%	A		B		C		D	
↔	Diagonais	(HV)	Diagonais	(HV)	Diagonais	(HV)	Diagonais	(HV)
*** 1**	0,0498	224	0,0491	230	0,0500	223	0,0497	225
*** 2**	0,0467	255	0,0497	225	0,0465	225	0,0493	229
*** 3**	0,0508	216	0,0510	214	0,0509	214	0,0508	216
*** 4**	0,0506	217	0,0511	213	0,0505	213	0,0509	215
*** 5**	0,0506	217	0,0510	214	0,0513	214	0,0504	219
*** 6**	0,0512	212	0,0504	219	0,0514	219	0,0506	218
*** 7**	0,0510	214	0,0502	221	0,0507	217	0,0503	220
*** 8**	0,0513	212	0,0475	247	0,0508	215	0,0482	239
*** 9**	0,0502	221	0,0507	217	0,0504	219	0,0506	217
*** 10**	0,0494	228	0,0513	211	0,0495	227	0,0510	214
*** 11**	0,0517	208	0,0512	212	0,0514	210	0,0510	213
*** 12**	0,0510	214	0,0502	221	0,0511	213	0,0504	219
*** 13**	0,0508	216	0,0500	223	0,0510	214	0,0499	223
*** 14**	0,0527	200	0,0506	218	0,0528	200	0,0505	218
*** 15**	0,0500	222	0,0514	210	0,0504	219	0,0509	215
*** 16**	0,0495	227	0,0502	221	0,0498	224	0,0496	226
*** 17**	0,0493	228	0,0499	224	0,0499	223	0,0499	224
*** 18**	0,0512	212	0,0498	224	0,0509	215	0,0497	225

E		F		G		H		Dureza	Desvio
Diagonais	(HV)	Diagonais	(HV)	Diagonais	(HV)	Diagonais	(HV)	**Média**	**Padrão**
0,0492	229	0,0494	228	0,0504	219	0,0489	232	**230**	4,4
0,0500	223	0,0512	212	0,0512	213	0,0517	208	**227**	18,9
0,0506	217	0,0498	224	0,0511	213	0,0500	223	**217**	4,1
0,0509	215	0,0515	210	0,0510	213	0,0522	204	**213**	4,5
0,0512	212	0,0509	214	0,0520	205	0,0508	215	**213**	4,1
0,0506	218	0,0501	222	0,0513	211	0,0501	222	**216**	4,7
0,0499	223	0,0512	212	0,0502	221	0,0506	217	**218**	3,8
0,0481	240	0,0506	218	0,0515	210	0,0509	215	**224**	14,9
0,0499	223	0,0492	230	0,0514	210	0,0501	222	**220**	5,7
0,0508	215	0,0495	227	0,0508	216	0,0503	220	**220**	6,6
0,0509	214	0,0507	216	0,0503	220	0,0510	214	**214**	3,6
0,0408	224	0,0514	210	0,0491	231	0,0510	213	**218**	6,9
0,0504	219	0,0519	206	0,0508	215	0,0514	211	**216**	5,8
0,0500	223	0,0502	221	0,0522	204	0,0496	226	**213**	10,7
0,0510	214	0,0502	221	0,0505	218	0,0507	217	**217**	3,9
0,0494	228	0,0495	227	0,0485	236	0,0495	227	**227**	4,3
0,0496	226	0,0499	224	0,0505	218	0,0498	225	**224**	2,9
0,0495	227	0,0492	230	0,0489	232	0,0486	235	**229**	7,9

ANEXO B – Cálculo da densidade hidrostática para as amostras como recebida e deformadas.

Foi possível obtendo-se as massas secas e imersas para aplicá-las à equação 4.

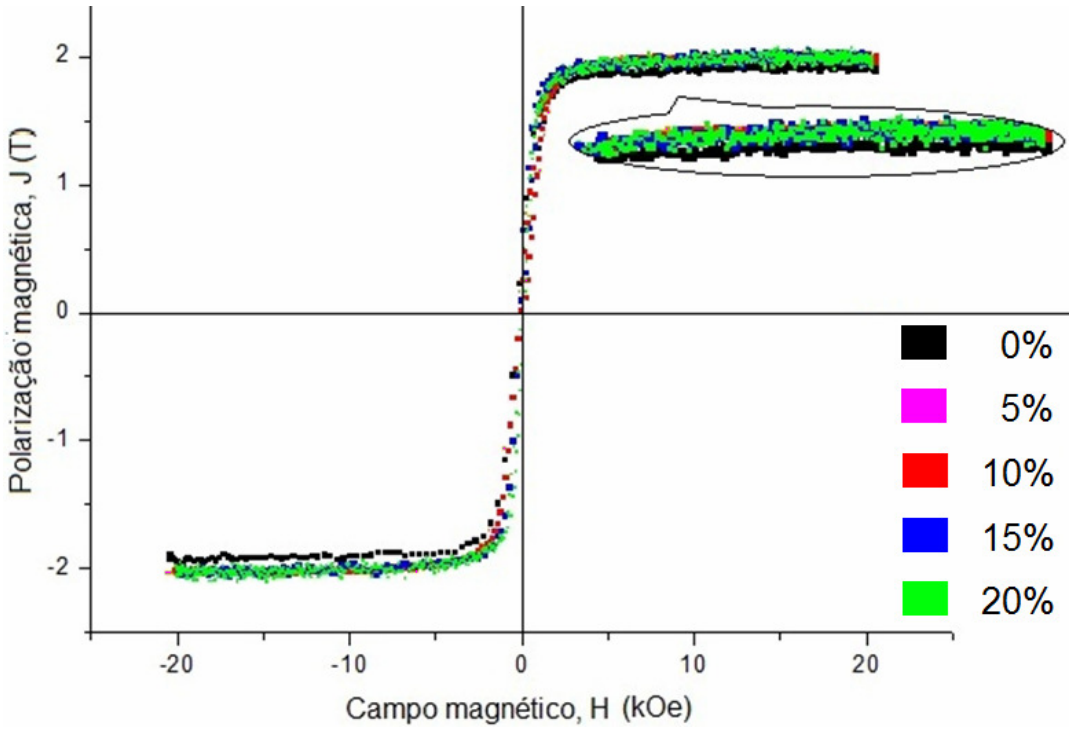
Série de medidas das massas secas, seguida da média e desvio padrão.

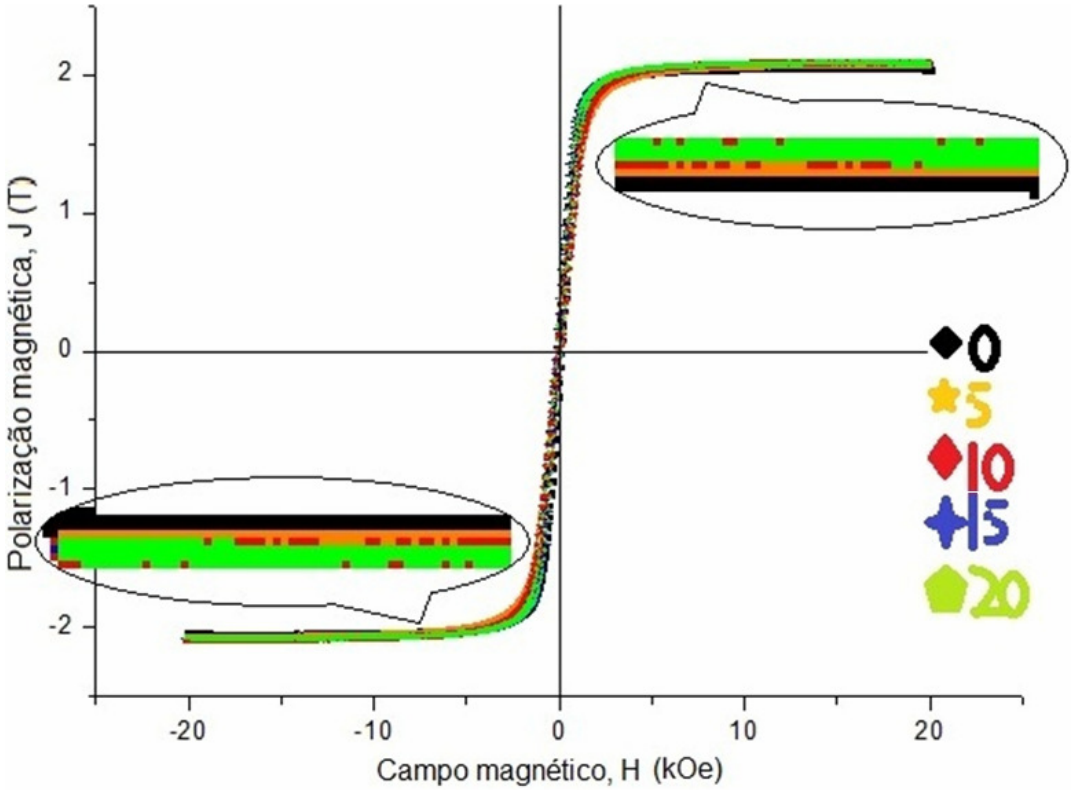
Amostra	Massa seca (g)						Média	Desvio
0	6,3680	6,3683	6,3678	6,3681	6,3684	6,3683	**6,3682**	**0,0002**
5	6,3309	6,3308	6,3313	6,3309	6,3309	6,3308	**6,3309**	**0,0002**
10	6,3362	6,3360	6,3364	6,3362	6,3361	6,3360	**6,3362**	**0,0002**
15	6,2370	6,2374	6,2375	6,2371	6,2365	6,2371	**6,2371**	**0,0004**
20	6,2026	6,2029	6,2030	6,2028	6,2027	6,2028	**6,2028**	**0,0001**

Série de medidas das massas imersas, seguida da média e desvio padrão.

Amostra	Massa imersa em água (g)									Média	Desvio
0	5,5583	5,5577	5,5586	5,5578	5,5578	5,5578	5,5575	5,5588	5,5589	**5,5581**	**5.10^{-4}**
5	5,5259	5,5257	5,5260	5,5246	5,5246	5,5237	5,5254	5,5246	5,5262	**5,5252**	**8.10^{-4}**
10	5,5298	5,5296	5,5296	5,5288	5,5288	5,5288	5,5293	5,5291	5,5286	**5,5292**	**4.10^{-4}**
15	5,4428	5,4425	5,4426	5,4428	5,4428	5,4424	5,4426	5,4426	5,4435	**5,4427**	**3.10^{-4}**
20	5,4126	5,4128	5,4129	5,4120	5,4130	5,4128	5,4129	5,4129	5,4135	**5,4128**	**4.10^{-4}**

ANEXO C – Curvas de magnetização levantadas pelo método de $H_{máx}$ para IPT e IFUSP, respectivamente.





ANEXO D – Tabela da expansão volumétrica para aços em função do teor de carbono através do parâmetro de rede após transformação $\gamma \rightarrow \alpha M$.

Parâmetros de rede da célula unitária (Å)							
	Austenita	Martensita			$V\gamma$ / 2	$V\alpha M$	Diferença de volume
	CFC	CCC ou TCC					
% C	a	a	c	c/a	($Å^3$)	($Å^3$)	(%)
0,2	3,5580	2,8574	2,8826	1,009	22,5202	23,5357	4,51
0,4	3,5669	2,8548	2,9062	1,018	22,6908	23,6852	4,38
0,6	3,5759	2,8522	2,9298	1,027	22,8622	23,8341	4,25
0,8	3,5848	2,8496	2,9534	1,036	23,0345	23,9823	4,11
1,0	3,5938	2,8470	2,9770	1,046	23,2077	24,1298	3,97
1,2	3,6028	2,8444	3,0006	1,055	23,3817	24,2767	3,83
1,4	3,6117	2,8418	3,0242	1,064	23,5566	24,4229	3,68
1,6	3,6207	2,8392	3,0478	1,073	23,7323	24,5685	3,52

O revenimento envolve segregação de C, precipitação de carbonetos, decomposição da austenita retida, recuperação e recristalização da estrutura (a temperaturas mais altas).

00-001-1267 Aug 3, 2011 11:30 AM (XRD-7000)

Status Deleted **QM:** Blank (B) **Pressure/Temperature:** Ambient **Chemical Formula:** Fe
Weight %: Fe100.00 **Atomic %:** Fe100.00 **Compound Name:** Iron

Radiation: MoKα1 **λ:** 0.7093Å **Intensity:** Densiometer
Reference: Hanawalt. et al. Anal. Chem. 10, 475 (1938).

SYS: Cubic **SPGR:** Im-3m (229) **AuthCellVol:** 23.41 **Z:** 2.00
Author's Cell [AuthCell-a: 2.8607Å **AuthCellVol:** 23.41Å³ **]** **Dcalc:** 7.922g/cm³ **Dmeas:** 7.87g/cm³
SS/FOM: F(7) = 6.1(0.164, 7) **Melting Point:** 1812 K **Reference:** The Structure of Crystals, 1st Ed.

Space Group: Im-3m (229) **Z:** 2.00 **Molecular Weight:** 55.85
Crystal Data [XtlCell-a: 2.861Å **XtlCell-b:** 2.861Å **XtlCell-c:** 2.861Å **XtlCell.α:** 90.00° **XtlCell.β:** 90.00°
XtlCell.γ: 90.00° **XtlCellVol:** 23.41Å³ **]**
Reduced Cell [RedCell-a: 2.477Å **RedCell-b:** 2.477Å **RedCell-c:** 2.477Å **RedCell.α:** 109.47°
RedCell.β: 109.47° **RedCell.γ:** 109.47° **RedCellVol:** 11.71Å³ **]**

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

Pearson: cI2.00 **Subfile(s):** Common Phase, Deleted Pattern, Forensic, Inorganic
Last Modification Date: 01/29/2008 **Cross-Ref PDF #'s:** 04-007-9753

Database Comments: Color: Silvery white. Deleted Or Rejected By: Deleted by NBS card. Melting Point: 1812 K.

00-001-1267 (Fixed Slit Intensity) - Cu Kα1 1.54056Å

2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*
45.0670	**2.010000**	100	1	1	0		82.3495	**1.170000**	38	2	1	1		117.7110	0.900000	8	3	1	0	
65.1848	**1.430000**	15	2	0	0		99.3973	1.010000	10	2	2	0		136.2650	0.830000	3	2	2	2	

00-023-0298 Aug 3, 2011 11:33 AM (XRD-7000)

Status Deleted **QM:** Low-Precision (O) **Pressure/Temperature:** Ambient **Chemical Formula:** (Fe , C)
Weight %: C1.12 Fe98.88 **Atomic %:** C5.00 Fe95.00 **Compound Name:** Iron **Common Name:** Austenite

Radiation: CoKα1 **λ:** 1.789Å **Reference:** Goldschmidt. Metallurgia 40, 103 (1949).

SYS: Cubic **SPGR:** Fm-3m (225) **AuthCellVol:** 46.66 **Z:** 4.00
Author's Cell [AuthCell-a: 3.6Å **AuthCellVol:** 46.66Å³ **]** **Dcalc:** 7.639g/cm³ **SS/FOM:** F(6) = 5.5(0.181, 6)
Reference: Ibid.

Space Group: Fm-3m (225) **Z:** 4.00 **Molecular Weight:** 53.66
Crystal Data [XtlCell-a: 3.600Å **XtlCell-b:** 3.600Å **XtlCell-c:** 3.600Å **XtlCell.α:** 90.00° **XtlCell.β:** 90.00°
XtlCell.γ: 90.00° **XtlCellVol:** 46.66Å³ **]**
Reduced Cell [RedCell-a: 2.546Å **RedCell-b:** 2.546Å **RedCell-c:** 2.546Å **RedCell.α:** 60.00°
RedCell.β: 60.00° **RedCell.γ:** 60.00° **RedCellVol:** 11.66Å³ **]**

Crystal (Symmetry Allowed): Centrosymmetric

Pearson: cF4.00 **Prototype Structure:** Cu **Prototype Structure (Alpha Order):** Cu
Subfile(s): Deleted Pattern, Inorganic, Metals & Alloys **Last Modification Date:** 01/29/2008
Cross-Ref PDF #'s: 00-031-0619 (Primary)

Database Comments: Deleted Or Rejected By: Deleted by 00-031-0619. Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

00-023-0298 (Fixed Slit Intensity) - Cu Kα1 1.54056Å

2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*	2θ	d(Å)	I	h	k	l	*
43.4716	**2.080000**	100	1	1	1		74.6765	1.270000	50	2	2	0		95.9406	1.037000	50	2	2	2	
50.6730	**1.800000**	80	2	0	0		90.6729	**1.083000**	80	3	1	1		117.7110	0.900000	30	4	0	0	