PAULO HENRIQUE OGATA

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO PARA TUBO API 5L-X65 EM
DIFERENTES REGIÕES DA CHAPA COMO LAMINADA E APÓS
AUSTENITIZAÇÃO E RESFRIAMENTO SOB DIVERSAS TAXAS DE
RESFRIAMENTO

São Paulo
2009

PAULO HENRIQUE OGATA

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO PARA TUBO API 5L-X65 EM
DIFERENTES REGIÕES DA CHAPA COMO LAMINADA E APÓS
AUSTENITIZAÇÃO E RESFRIAMENTO SOB DIVERSAS TAXAS DE
RESFRIAMENTO

São Paulo
2009

PAULO HENRIQUE OGATA

CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DO AÇO PARA TUBO API 5L-X65 EM
DIFERENTES REGIÕES DA CHAPA COMO LAMINADA E APÓS
AUSTENITIZAÇÃO E RESFRIAMENTO SOB DIVERSAS TAXAS DE
RESFRIAMENTO

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo
para a obtenção do título de Mestre em
Engenharia

Área de concentração:
Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Hélio Goldenstein

São Paulo
2009

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

São Paulo,

Assinatura do autor

Assinatura do orientador

FICHA CATALOGRÁFICA

Ogata, Paulo Henrique

**Caracterização microestrutural do aço para tubo API 5L-X65 em diferentes regiões da chapa como laminada e após austenitização e resfriamento sob diversas taxas de resfriamento / P.H. Ogata. Ed. revisada--São Paulo, 2009.
105 p.**

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

1.Trabalho em metal 2.Revenido 3. Solubilização 4. Microscópio eletrônico 5.Microscópio ótico 6.Ensaio não destrutivo 7.Materiais ferrosos 8.Ensaio da estrutura dos materiais I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t.

Dedico este trabalho a meus pais,
professores e amigos

Agradecimentos

Ao Prof Hélio Goldenstein pela oportunidade concedida a mim, pela orientação, ensinamentos e conselhos despendidos no trabalho.

Aos meus amigos e colegas de pós-graduação Mário González Ramirez, Diego da Rocha Ramos, David Rocha, Paula Fernanda da Silva, Alexandre Farina, Eduardo Monlevade, Marina Magnani, Edgar Apaza, Douglas Moraes, Flávio Gil, Vivian Serra M. Pereira, Marcelo Pineda, Diego Pineda.

Ao Eng. Antônio Augusto Gorni pelas discussões e orientações.

Ao Prof. Fernando Landgraf pela disponibilidade de escutar e discutir.

Aos técnicos de laboratório do PMT Vinícius, Lívio, Rubens e Danilo pela ajuda nos experimentos deste trabalho.

À COSIPA pela doação da chapa.

À CAPES e CNPq pela bolsa de mestrado

Resumo

Este trabalho tem por objetivo caracterizar e comparar as microestruturas de diferentes regiões de uma chapa de aço microligado para tubo API 5L X65, empregado no transporte de gás natural e petróleo, como recebido e submetido a tratamentos térmicos de austenitização e resfriamento contínuo sob diferentes taxas de resfriamento.

O aço em estudo apresenta uma linha de segregação central, originada durante o processo de produção do aço. Corpos de prova de dilatométrica foram usinados da região central e de outras regiões da chapa.

As amostras foram previamente austenitizadas a 1200 °C e temperadas em água, visando solubilizar grande parte dos precipitados presentes no aço. Após este tratamento, as amostras foram austenitizadas em um dilatômetro de têmpera a 950°C por 180s, e em seguida resfriadas nas seguintes taxas de resfriamento: 0,5 °C/s, 1 °C/s, 5 °C/s, 10 °C/s, 20 °C/s, 30 °C/s, 40 °C/s, 50 °C/s e 60 °C/s.

Valores de temperatura e tempo correspondentes a inflexões da curva dilatométrica foram obtidas e correlacionadas com a microestrutura, para cada taxa de resfriamento. Com base nesta análise foi traçado um diagrama de Transformação por Resfriamento Contínuo (TRC) do material.

Palavras chave: aço de alta resistência e baixa liga, diagrama TRC, microestrutura, segregação e tratamentos de envelhecimento.

Abstract

This work aims to characterize and compare the microstructures of different regions of a plate of microalloyed pipeline steel that conforms to API 5L X65, employed in the transportation of natural gas and oil, as received and after being subjected to heat treatments of austenitization and continuous cooling under different cooling rates.

The steel under study presents a central line of segregation that was originated during production. Specimens for dilatometry were machined from the central region and from different regions of the plate.

The samples were austenitized at 1200 °C and quenched in water, with the purpose of solubilizing most of the precipitates in the steel. After the preliminary heat treatment, the specimens were austenitized at 950 °C for 180s and cooled under the cooling rates: 0.5 °C/s, 1 °C/s, 5 °C/s, 10 °C/s, 20 °C/s, 30 °C/s, 40 °C/s, 50 °C/s and 60 °C/s in a quench dilatometer.

Values of temperature and time correspond of transformation for each rate of cooling were used for the determination of the Continuous Cooling Transformation (CCT) diagram.

Key words: high strength low alloy steel, CCT diagram, microstructure, segregation and ageing treatment .

Lista de figuras

Figura 1 - Desenvolvimento de aços API. FONTE: HILLENBRAND 2002 [4].	5
Figura 2 - Micrografia característica de três aços API, mostrando a evolução dos tratamentos e o tamanho de grão. FONTE: HILLENBRAND (2002) [4].	5
Figura 3 - Concentração de manganês na linha central de segregação. FONTE: IRVING 1984 [14].	9
Figura 4 - Influência da zona equiaxial na linha central de segregação. FONTE: IRVING 1984 [14].	10
Figura 5 - Evolução da microestrutura durante a laminação termomecânica controlada [Wilson 1988].	12
Figura 6 - Evolução do tamanho de grão da austenita e ferrita de acordo com a temperatura final de laminação [16].	13
Figura 7 - Processo de conformação de tubos U-O-E. FONTE: TENARIS CONFAB.	14
Figura 8 - Dobramento do tubo em U. FONTE: TENARIS CONFAB.	15
Figura 9 - Entalpias de formação de nitretos, carbonetos e nitretos comparados à cementita. FONTE: Honeycombe [23].	19
Figura 10 – Diminuição do campo austenítico em função da concentração de titânio. FONTE: Honeycombe [23].	21
Figura 11- (a) micrografia de uma junta soldada com dois passes de um aço ARBL; (b) Ilustração da ZAC obtida com soldagem de dois passes [46].	22
Figura 12 - Diagrama TRC de um aço microligado. PF=Ferrita poligonal, B_3^m = ^a Ferrita granular e B_2^c =Bainita superior [31].	25
Figura 13 – Diagrama TRC de um aço microligado. BF=Ferrita bainítica, AF=Ferrita acicular, PF=Ferrita poligonal e P=Perlita [32].	26
Figura 14 – Diagrama TRC do trabalho de HAO. [33].	27
Figura 15 – Perlita degenerada em aço microligado com Nióbio. a) FONTE: ZHANG. b) ZAJAC [38].	28
Figura 16 – Microestutura bainítica. a) Bainita com cementita; b) Bainita com MA. FONTE: ZAJAC [38].	29
Figura 17 - Fluxograma da metodologia utilizada.	31
Figura 18 – Identificação das regiões da chapa.	33
Figura 19 - Imagem da espessura da chapa, mostrando a retirada de cavaco de regiões diferentes.	35
Figura 20 - A linha ligando os dois vértices do retângulo representa a região onde foram feitas as endentações.	37
Figura 21 – Retirada de 7mm em relação às bordas da chapa. Corpos de dilatométrica da região central da chapa.	38
Figura 22 – Dimensões do corpo de prova para ensaios dilatométricos.	38
Figura 23 - Ciclo Térmico utilizado nos ensaios de dilatométrica.	40
Figura 24 – Curva Lo/L vs T sob taxa de resfriamento de 10°C/s para amostra obtida de regiões diversas da chapa. a) Determinação dos trechos retilíneos para a abtenção da equação da reta. b) retas tangentes a curva Lo/O vs T. c) zoom do primeiro trecho; obtenção da temperatura de início de transformação.	41
Figura 25 - Método de superposição de curvas para determinar os pontos de início e fim da transformação.	42
Figura 26 – Curva Lo/L vs t. Obtenção do tempo de início e fim de transformação.	42

Figura 27 – Microestrutura da chapa como recebida da região da borda. MEV, SE.	44
Figura 28 - Determinação de tamanho de grão e fração volumétrica via software. Delineamento do contorno de grãos ferríticos em MEV.	44
Figura 29 – Macrografia da secção transversal da chapa, embutida em baquelite, atacada com Nital 2%.	47
Figura 30. Microestrutura óptica da região central da chapa na condição como fornecida. a) Borda superior da chapa. b) centro da chapa 100X. c) centro da chapa 50X. d) borda inferior. Reagente utilizado: Nital 3%.	48
Figura 31 - Micrografia de um aço API X65 atacado com reagente químico Klemm1. Concentração de MA na linha central de segregação da chapa. FONTE SANTANA [46].	49
Figura 32 - Detalhe da região central da chapa. Micrografia feita por MO ampliado 1000X. Atacado com reagente químico KLEMM1.	49
Figura 33 – Microestruturas obtidas por MEV, SE. Ataque: nital 3%. a) microestrutura do aço API X65 da linha central de segregação. Ampliação 200X. b) microestrutura da região central do aço API X65. b) microestrutura da região da borda do aço API X65. Ampliação: 1000X.	50
Figura 34. Caracterização microestrutural da região central da chapa. a) concentração de agregados eutetóides envolvidos pela elipse. Ampliação 2500X. b) seta de cor preta indicando a formação de agregado eutetóide que tentou se transformar em perlita. Ampliação 8000X. As setas brancas são agregados eutetóides.	51
Figura 35. Caracterização microestrutural da região central da chapa. a) Perlita grande; b) ampliação da perlita grande detalhando a múltipla direcionalidade dos carbonetos (possivelmente cementita) presentes em seu interior.	51
Figura 36 – Micrografias do centro da chapa. a) Colônias de perlita grandes. b) Microconstituente MA indicado pela seta de cor preta.	52
Figura 37 – Amostra da região central da chapa obtidas por FEG. a) Agregado eutetóide composto por perlita e perlita degenerada. Ampliação 15000X, SE, spot size 4. b) perlita, ampliada 30000X, SE, spot size 4. c) perlita degenerada, ampliada 30000X, SE, spot size 4.	52
Figura 38 – Perlita degenerada MEV SE, aumento original 10kX.. a) centro da chapa. b) próximo à borda da chapa; Agregado eutetóide indicada pela seta.	53
Figura 39 - Desenho esquemático mostrando as regiões de endentação feitas na amostra.	53
Figura 40 - Gráfico da média das durezas medidas na espessura da chapa.	54
Figura 41 - Região central da chapa (8mm). a) Endentação sobre um agregado eutetóide. b) Endentação sobre um grão de ferrita.	55
Figura 42 – Região da borda da chapa. a) Endentação no agregado eutetóide presente na superfície da chapa. b) Endentação na fase ferrita.	56
Figura 43 – Gráfico de dureza versus tempo obtidos em diferentes temperaturas de tratamento.	57
Figura 44 – Caracterização da decomposição da Martensita por microscopia óptica atacadas com Nital 2% nos tratamentos de envelhecimento no aço em estudo. a) Homogeneização a 1200 °C e temperado em água; b) idem amostra a + revenimento a 700 °C por 30 min; c) idem amostra a + revenimento a 600 °C por 30 min; d) idem amostra a + revenimento a 400 °C por 30 min.	58

Figura 45 - Micrografias obtidas por MEV atacada com Nital 2% de amostras de regiões periféricas da chapa, sob condições de austenitização (1200°C). Taxas de resfriamento: a) 0,5°C/s; b) 1°C/s; c) 5°C/s; d) 10°C/s; e) 20°C/s; f) 30°C/s; g) 40°C/s; h) 50°C/s e i) 60°C/s.	60
Figura 46 - Micrografias obtidas por MEV atacadas com Nital 2% de amostras do centro da chapa, sob condições de austenitização (1200°C). Taxas de resfriamento: a) 0,5°C/s; b) 1°C/s; c) 5°C/s; d) 10°C/s; e) 20°C/s; f) 30°C/s; g) 40°C/s; h) 50°C/s e i) 60°C/s.	61
Figura 47 – Microestruturas obtidas por MO do centro da chapa atacadas com o reagente químico Klemm 1. O microconstituente MA é identificado pela coloração branca. a) 0,5 °C/s; b) 1 °C/s; c) 5 °C/s; d) 10 °C/s; e) 20 °C/s; f) 30 °C/s; g) 40 °C/s; h) 50 °C/s; i) 60 °C/s.....	62
Figura 48 - Taxa de resfriamento de 0,5°C/s. a) Amostra VR. b) Amostra LS.	63
Figura 49 - Microestruturas presentes na amostra VR para a taxa de resfriamento de 1°C/s. a) Perlita fina; b) Agregados eutetóides indicados pela seta de cor preta.	63
Figura 50 - Microestruturas presentes na amostra LS sob a taxa de resfriamento de 1 °C/s a) Perlita (P) envolvida por ferrita poligonal (FP); b) Agregados eutetóides indicados pela seta.	64
Figura 51 - Amostra VR para a taxa de 5 °C/s. a) Refinamento das microestruturas. b) Agregado eutetóide. Seta de cor azul indicando bainita, seta de cor vermelha microconstituente MA, seta de cor preta perlita degenerada e a elipse a tentativa de formação de lamelas paralelas ou quase paralelas no agregado eutetóide..	65
Figura 52 - Amostra LS para a taxa de 5°C/s. a) Perlita +MA no contorno de grão. Seta indica microconstituente MA. b) Perlita +Bainita. Seta indicando possivelmente bainita.....	65
Figura 53 - Microestrutura para taxa de 10°C/s – amostra VR. a) perlita degenerada, agregados eutetóides compactos e ferrita. b) perlita degenerada no detalhe....	66
Figura 54 – microestrutura para taxa de resfriamento 10°C/s. a) Amostra VR. Seta indicando a presença de MA. b) Amostra LS.	66
Figura 55 - Taxa de resfriamento 20°C/s- Amostra VR. a) Aumento 2500X. b) Aumento 6500X.	67
Figura 56 - Taxa de resfriamento 20°C/s. Amostra LS. a) Aumento 2500X. b) Aumento 6500X.	67
Figura 57 - Taxa de resfriamento de 30°C/s para amostra VR. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.	68
Figura 58 - Taxa de resfriamento de 30°C/s para amostra LS. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.	68
Figura 59 - Taxa de resfriamento de 40°C/s para amostra VR. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.	69
Figura 60 - Taxa de resfriamento de 40°C/s para amostra LS. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.	69
Figura 61 - Taxa de resfriamento de 50°C/s para amostra VR. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.	70
Figura 62 - Taxa de resfriamento de 50°C/s para amostra LS. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.	70
Figura 63 - Taxa de resfriamento de 60°C/s para amostra VR. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.	71

Figura 64 - Taxa de resfriamento de 60°C/s para amostra LS. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.	71
Figura 65 – Curva Lo/L X Temperatura.	72
Figura 66 - Diagrama de transformação por resfriamento contínuo extraído de amostras de outras regiões da chapa. α_w =ferrita acicular, α_B =ferrita granular, α_p =ferrita poligonal, α_q =ferrita quase-poligonal, P=perlita e P'=perlita degenerada.	72
Figura 67 - Diagrama de transformação por resfriamento contínuo extraído de amostras da região central da chapa. α_w =ferrita acicular, α_B =ferrita granular, α_p =ferrita poligonal, α_q =ferrita quase-poligonal, P=perlita e P'=perlita degenerada.	73
Figura 68 - Efeito da taxa de resfriamento na linha AR ₃	74
Figura 69 – Alteração da dureza em função da taxa de resfriamento.	74
Figura 70 – Gráfico de J versus taxa de resfriamento (1 a 60°C/s).	75
Figura 71 – Gráfico de % de austenita retida versus taxa de resfriamento.	75
Figura 72 – Tamanho de grão versus taxa de resfriamento. Amostras de diferentes regiões da chapa.	76
Figura 73 – Tamanho de grão versus taxa de resfriamento. Amostra do centro da chapa.	76
Figura 74 – Influência da taxa de resfriamento na fração volumétrica (VV) em amostras de diferentes regiões da chapa.	77
Figura 75 – Influência da taxa de resfriamento na fração volumétrica (VV) em amostras do centro da chapa.	77
Figura 76 – Carbonetos descontínuos no contorno de grão. a) aço microligado para tubo X52 [47]. b) aço em estudo.	78
Figura 77 – Espaçamento dos braços dendríticos secundários em relação ao tamanho da zona coquilhada [12].	81
Figura 78 – Influência da taxa de resfriamento no espaçamento dos braços dendríticos secundários para aços comerciais contendo 0,1 a 0,9 % C em peso [12].	82
Figura 79 – Simulação através do software Thermocalc do aço em estudo.	84
Figura 80 – Gráfico Intensidade de J versus taxa de resfriamento obtida de amostras de diferentes regiões da chapa.	88

Lista de tabelas

Tabela 1 - Simbologia microestrutural segundo Krauss e Thompson.	27
Tabela 2 - Composição química de amostra do aço API X65.	32
Tabela 3 - Características mecânicas do aços API grau X65 segundo a norma API 5L.	32
Tabela 4 - Roteiro dos Tratamentos Térmicos.	36
Tabela 5 - Análise química por ICP dos elementos químicos retirados de diferentes regiões da chapa.	46
Tabela 6 – Média das durezas obtidos em diferentes tratamentos térmicos.	56
Tabela 7 – Composição química obtida por EDX para aço microligado para tubo API 5L-X65 [46].	79

Lista de abreviaturas e siglas

API: American Petroleum Institute

ARBL: Aços de Alta Resistência Baixa Liga

CCT: Continuous Cooling Transformation

CE: Carbono equivalente

EBSD: Electron Back Scattered Diffraction

H₂S: Ácido sulfurico

HIC: Hydrogen Induced Cracking

HTP: High Temperature Processing

IIW: International Institute of Welding

Jsat: Saturação Magnética

Jsat.Max: Saturação Magnética Máxima

LVDT: Linear Variation Differential Transducer

LS: Amostras retiradas do centro da chapa

LTC: Laminação Termomecânica Controlada

MEV: Microscopia Eletrônica de Varredura

MnS: Sulfeto de Manganês

MO: Microscopia Óptica

SAW: Submerged Arc Welding

TMCR: Thermo Mechanical Controlled Rolling

TMCP: Thermo mechanical Controlled Process

TRC: Transformação por Resfriamento Controlado

TTT: Tempo temperatura transformação

UOE: Processo de dobramento da chapa em U e O para conformar o tubo e por ultimo uma expansão E do tubo

VR: Amostras retiradas de outras regiões da chapa

ZAC: Zona afetada pelo calor

(TG) Tamanho de grão

(MEV) Microscópio eletrônico de varredura

(SE) Secondary electron

(MO) Microscópio óptico

Lista de símbolos

AlN	Nitreto de Alumínio
A ₁	Temperatura de transformação eutetóide
γ	Austenita
α	Ferrita
β	Bainita
α_p	Ferrita Poligonal
α_q	Ferrita Quase poligonal α
α_w	Widmanstätten α = Ferrita Acicular
α_B	Bainítico granular α
α_B	Ferrita Granular
α°_B	Ferrita Bainítica
γ_r	Austenita retida
MA	Constituinte Martensita Austenita
$\alpha'M$	Martensita
Nb(CN)	Precipitado de carbonitreto de nióbio
P	Perlita
P'	Perlita degenerada
TiN	Precipitado de Nitreto de titânio.
VN	Nitreto de Vanádio
(J _s)	Polarização magnética de saturação
(μ)	Permeabilidade magnética
(B)	Densidade de fluxo magnético ou indução magnética no material
(J)	Polarização magnética
(μ_r)	Permeabilidade magnética relativa
(H)	Campo magnético aplicado
(V _v)	Fração volumétrica

Sumário

1. Introdução	1
2. Revisão Bibliográfica	3
2.1. Considerações gerais:	3
2.2. Aço ARBL	3
2.3. Mecanismos utilizados para aumentar a resistência mecânica e a tenacidade de aços ARBL	6
2.4. Bandeamento da microestrutura em aços ARBL	6
2.5. Segregação de elementos de liga na solidificação do aço	7
2.6. Fatores que determinam o grau do bandeamento	8
2.6.1. Fatores que afetam a segregação central na chapa.	9
2.7. Laminação Termomecânica controlada	10
2.7.1. Laminação de esboçamento	11
2.7.2. Fase de espera	11
2.7.3. Laminação de acabamento	11
2.8. Conformação de tubos.	14
2.8.1. Efeito do processo de conformação nas propriedades mecânicas da chapa.	15
2.9. Soldabilidade	15
2.10. Influência da composição química nos aços API	16
2.10.1. Carbono	16
2.10.2. Manganês	17
2.10.3. Silício	17
2.10.4. Boro	17
2.10.5. Enxofre	18
2.10.6. Fósforo	18
2.10.7. Nitrogênio	18
2.10.8. Principais elementos químicos dos aços microligados.	19
2.11. Soldagem pelo método arco submerso.	22
2.11.1. Influência da soldagem na microestrutura e propriedades mecânicas	22
2.12. Curvamento de tubos	23
2.13. Importância da taxa de resfriamento na microestrutura	23
2.14. Diagrama de Transformação por Resfriamento Contínuo	24
2.15. Microestruturas características dos aços microligados.	27
3. Objetivos	30
4. Procedimento Experimental.	31
4.1. Metodologia utilizada.	31
4.2. Dados da amostra como recebida.	32
4.3. Identificação das regiões na chapa	32
4.4. Caracterização das amostras	33
4.4.1. Metalografia convencional	33
4.5. Microscópio óptico.	34
4.6. Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).	34
4.7. Análise Química por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Induzido (ICP-AES) em diferentes regiões da chapa.	34
4.8. Tratamento térmico.	35
4.9. Ensaio de microdureza	35

4.10. Teste para verificação da solubilização dos carbonetos de nióbio.	36
4.11. Tratamentos de envelhecimento	37
4.12. Usinagem dos corpos de prova para ensaio dilatométrico	38
4.13. Ensaio de dilatométrica	39
4.13.1. Método de obtenção das temperaturas e tempos de transformação	40
4.14. Ensaio de saturação magnética	43
4.15. Analisador de imagens ImageJ	43
4.15.1. Medida da distância entre as bandas	43
4.15.2. Medida de contorno de grão e fração volumétrica	44
4.16. Análise estatística	44
5. Resultados	46
5.1. Chapa como recebida	46
5.1.1. Análise Química por ICP-AES de diferentes regiões da chapa	46
5.1.2. Caracterização macroscópica da chapa	47
5.1.3. Caracterização microestrutural por microscópio óptico	47
5.1.4. Caracterização microestrutural por microscópio eletrônico de varredura	49
5.1.5. Medidas de microdureza na espessura da chapa	53
5.2. Testes prévios para verificação da solubilização dos carbonetos de Nióbio	56
5.3. Tratamento de revenimento de amostras temperadas a 1200°C	57
5.4. Microestruturas obtidas a diferentes taxas de resfriamento	59
5.5. Comparação entre as regiões para as diferentes taxas de resfriamento	62
5.6. Diagramas TRC	71
5.7. Ensaio de saturação magnética	74
5.8. Medidas de Tamanho de Grão e Fração Volumétrica	75
6. Discussão dos resultados	78
6.1. Amostra como recebida	78
6.1.1. Microestrutura	78
6.1.2. Perfil de dureza da chapa	80
6.1.3. Distância entre bandas	81
6.2. Testes prévios para verificação da solubilização dos carbonetos de nióbio	82
6.3. Ensaio de envelhecimento	83
6.4. Efeito da taxa de resfriamento:	84
☐ na temperatura de início de transformação	84
☐ na microestrutura	85
☐ na dureza	86
☐ na formação do microconstituente MA	87
7. Conclusão	89
7.1. Aço como recebido	89
7.2. Tratamento de envelhecimento	89
7.3. Diagrama TRC e caracterização microestrutural	90
7.4. Ensaio de saturação magnética para determinação da concentração do microconstituente MA	90
8. Sugestões para trabalhos futuros	91
9. Bibliografia	92

1. Introdução

A redução no fornecimento e o aumento do preço de gás da Bolívia para o Brasil favoreceu a busca de novos investimentos na extração e no transporte do gás nacional. A descoberta de novos campos de petróleo na bacia de Santos promete impulsionar a indústria petrolífera do Brasil, dentre elas as indústrias de tubos utilizados no transporte de petróleo e gás natural.

Nos últimos anos o mercado consumidor de aços para gasodutos optou por materiais de alta resistência mecânica e baixa liga. Os aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL) são muito utilizados nos sistemas de transporte de gás e óleo, pois aliam resistência e boa tenacidade a baixas temperaturas. O alto limite de escoamento apresentado por estes aços proporciona a produção de dutos com maior resistência, podendo transportar gás e petróleo a altas pressões, ou redução da espessura da parede dos dutos.

O sistema de dutos é produzido a partir da junção de vários tubos, podendo ser retos ou curvos. As indústrias de tubos produzem tubos retos; tubos curvos são obtidos através do curvamento de tubos retos que podem ser feitos a quente ou a frio. O curvamento a quente é feito por indução em alta frequência, processo que possibilita um aquecimento local e de rápido resfriamento, promovendo mudanças microestruturais e de resistência mecânica dos tubos.

Atualmente grande parte dos sistemas de dutos em operação são feitos com tubos da família API 5L-X65. Técnicas modernas de processamento são utilizadas na fabricação das chapas. A técnica de fabricação dos aços microligados para tubo API X65 mais utilizada é a laminação termomecânica controlada (LTC), onde combinações de temperatura e deformações da estrutura aumentam relativamente a resistência do material. Do processo de produção da chapa até a etapa de implantação dos sistemas de dutos para transporte de gás e petróleo mudanças microestruturais são originadas: na LTC, na etapa de resfriamento da chapa; na etapa de soldagem dos tubos; na etapa de curvamento dos tubos.

Para a compreensão do controle da resistência mecânica, tenacidade e soldabilidade é necessária a caracterização microestrutural destes aços. O presente trabalho mostra como a morfologia da microestrutura pode ser alterada em função das diferentes taxas de resfriamento aplicadas após a austenitização do aço. As

diferenças microestruturais e químicas existentes ao longo da espessura da chapa originadas durante o processamento, possibilitaram comparações entre a região central e outras regiões da chapa; das regiões analisadas foram obtidos dois diagramas de transformação por resfriamento contínuo (TRC). O diagrama TRC é uma forma de representar dados experimentais sobre a cinética das transformações de fase e os diferentes microconstituintes obtidos quando se varia a velocidade de resfriamento. Ela constitui uma ferramenta utilizada para relacionar a microestrutura ao processamento que foi efetuado (tratamentos termomecânicos, soldagem, dobramento dos tubos).

2. Revisão Bibliográfica

2.1. Considerações gerais:

A composição química dos aços ARBL é baseada no sistema Fe-C-Nb-Ti-V, em alguns casos ainda com adições de boro, molibdênio, cromo, níquel, silício e cobre, sendo feito um controle rigoroso de impurezas como enxofre, oxigênio, nitrogênio e fósforo. As microestruturas resultantes são constituídas de matriz ferrítica, perlita, bainita, agregados eutetóides e martensita com austenita retida (MA) satisfazendo, em princípio, os requisitos necessários de acordo com a norma API 5L.

O aço aqui estudado é utilizado para tubos da classe API 5L X65, que começou a ser produzido no fim da década de 1970. O aço foi produzido por lingotamento contínuo seguido de laminação termomecânica controlada e resfriamento ao ar. Possui limite de escoamento mínimo de 448 MPa e máximo de 600 MPa de acordo com a norma API 5L [1].

O aço API X65 pode ser produzido por técnicas diferentes como: laminação controlada seguida de normalização, laminação termomecânica controlada, resfriamento acelerado após a laminação e tratamento de têmpera e revenimento após a laminação. Os processos de produção da chapa para gasoduto permitem que o aço adquira as seguintes características: microestrutura refinada; eliminação ou redução substancial do pré-aquecimento da chapa durante o processo de soldagem; conforme a espessura da chapa facilita a absorção de calor da solda (2 KJ/mm) sem perder a resistência e tenacidade [2].

A composição química dos aços API, em conjunto com o processo de laminação das chapas e o resfriamento acelerado são os grandes responsáveis pelo aumento de resistência mecânica dos materiais, assim como o aumento da soldabilidade do material.

2.2. Aço ARBL

Os aços da classe API começaram a serem desenvolvidos na década de 1950. Em 1959, foi desenvolvido o primeiro aço microligado para tubo API X56, que utilizava como elementos de liga principais o C e Mn. Esse material tinha como característica soldabilidade restrita e baixa resistência a fratura. A utilização dos elementos de microliga como Nb, Ti e V associado a utilização de menores quantidades de C e

ao tratamento termomecânico, proporcionaram a melhora na soldabilidade e tenacidade do material.

O desenvolvimento de aços ARBL está sendo intensificado mundialmente por razões econômicas. A utilização de tubos fabricados a partir de aços com melhores propriedades mecânicas tem contribuído para a redução de custos na produção das malhas de oleodutos e gasodutos, pois permite selecionar menores espessuras de parede, mantendo-se a mesma pressão de trabalho, o que resulta na diminuição do peso dos tubos e da quantidade de solda depositada em cada junta [3].

Em função desta demanda, a tecnologia para produzir estes aços vem se desenvolvendo rapidamente. Na Figura 1, verifica-se a evolução nos processos de laminação e o resfriamento acelerado da chapa. Na década de 60, a produção de aço para tubo API X60 utilizava no seu processamento a laminação convencional seguida do tratamento térmico de normalização da chapa grossa. Na década de 70 foi introduzida a laminação termomecânica controlada, que permitiu refinamento de grão a menores temperaturas de laminação viabilizando a produção de chapas conforme a norma API 5L para o grau X70 [4, 5]. As melhorias no processo de laminação têm proporcionado a estes materiais um maior limite de escoamento (obtenção de tamanho de grão reduzido), acompanhado de uma diminuição gradual do carbono (visando aumentar a soldabilidade do material e tenacidade), já que adições de nióbio e vanádio compensam a diminuição da resistência devido a redução deste elemento. Na década de 80 o processo de refinamento foi intensificado, além da adição de elementos microligados e da laminação termomecânica controlada foi introduzido o resfriamento acelerado da chapa com água, que permitiu a produção de chapas conforme a norma API 5L para o grau X80. No final da década de 90, com a adição de novos elementos de liga como molibdênio, cobre, níquel, cromo e/ou boro, associados à aplicação de resfriamento acelerado, eventualmente com têmpera após a laminação a quente, foi possível o desenvolvimento de tubos conforme a norma API 5L para o grau X100 e X120 [5].

Figura 1 - Desenvolvimento de aços API. FONTE: HILLENBRAND 2002 [4].

A Figura 2 mostra as microestruturas típicas para três aços da família API com os respectivos tamanhos de grão. Na Figura 2 (a) a microestrutura do aço API X60 processada pelo processo de laminação convencional e normalizada, apresenta tamanho de grão grande (ASTM 7 a 8) e microestrutura típica de ferrita-perlita. Na Figura 2 (b), a microestrutura do aço API X70 obtida através de processamento termomecânico controlado, apresenta-se mais refinada e o tamanho de grão ferrítico menor (ASTM 10 a 11). Na Figura 2 (c), a microestrutura do aço API X80 apresenta-se mais uniforme e mais fina (ASTM 12 a 13).

Figura 2 - Micrografia característica de três aços API, mostrando a evolução dos tratamentos e o tamanho de grão. FONTE: HILLENBRAND (2002) [4].

2.3. Mecanismos utilizados para aumentar a resistência mecânica e a tenacidade de aços ARBL

Os aços microligados são caracterizados como materiais de alta resistência mecânica e tenacidade. Essas características são obtidas pelos seguintes mecanismos: solução sólida substitucional (Mn, Si, Ni, Cu e Cr), transformação de fase (estrutura martensítica, ferrita acicular e bainítica), aumento da densidade de discordâncias, precipitação (V, Nb e Ti) e refino de grão. Todo tipo de endurecimento leva a uma perda de tenacidade do material, exceto o refinamento de grão, único mecanismo que aumenta a resistência mecânica e a tenacidade do material, sendo este o mecanismo mais indicado para aços para gasodutos [5, 6].

Galego e outros [7], afirmam que o endurecimento por precipitação mostrou ser resultante de um efeito combinado entre a formação de carbonitretos na austenita e a precipitação interfásica.

Dentre os tipos de endurecimento citados anteriormente, o endurecimento por precipitação e refinamento de grão são responsáveis por cerca de 60% no aumento no limite de escoamento do material.

A composição química dos aços API, em conjunto com o processo de laminação das chapas e as etapas de conformação do tubo, são os grandes responsáveis pelo aumento de resistência mecânica dos materiais, assim como pelo aumento da soldabilidade do material.

2.4. Bandeamento da microestrutura em aços ARBL

Em chapas de aço obtidas por laminação termomecânica controlada observa-se frequentemente o aparecimento de microestrutura bandada. Basicamente são linhas paralelas constituídas por segunda fase, podendo ser perlita, bainita e agregados eutetóides na matriz ferrítica, orientados paralelamente a direção de laminação. A distribuição não homogênea destas fases mais duras pode provocar anisotropia das propriedades mecânicas, o que prejudica a conformabilidade a frio do material. Apesar de não existir na literatura estudos sistemáticos sobre o assunto, sabe-se que a não-homogeneidade química originada durante a solidificação deve ser considerada entre os demais fatores que determinam a formação de microestruturas semelhantes [8].

2.5. Segregação de elementos de liga na solidificação do aço

O processo de segregação se inicia durante a solidificação dos aços no processo de lingotamento contínuo. Em condições industriais, a solidificação envolve a formação de cristais dendríticos de austenita, ocorrendo a concentração de elementos de liga no aço líquido remanescente no centro da chapa e entre os ramos das dendritas.

O processo de solidificação dos metais inicia-se da região mais externa do molde para o centro. A primeira porção a se solidificar é chamada de zona coquilhada, caracterizada por grãos finos orientados aleatoriamente. A diferença de temperatura entre a região solidificada e o metal líquido favorece o crescimento de cristais orientados na direção $\langle 100 \rangle$ com estrutura cúbica de face centrada (CFC), conhecida como zona colunar. No centro da chapa, cristais equiaxiais são produzidos por nucleação, devido ao superresfriamento, e a partir de partículas formadas na zona colunar que foram “arrastadas” por convecção do líquido para o centro da chapa [10, 12].

Durante a solidificação ocorre a partição ou segregação dos elementos de liga entre a fase líquida e o metal sólido, a qual ocorre em escala macroscópica (macrosegregação) e microscópica (microsegregação). A segregação ou partição em escala macroscópica origina a linha de segregação central no produto obtido por lingotamento contínuo. Na escala microscópica, a microsegregação é originada durante a formação da zona colunar. A formação de braços secundários nos cristais dendríticos primários pode aprisionar uma porção de metal líquido menos puro, originando após a solidificação a microsegregação dos elementos. A microsegregação é uma segregação na escala dos grãos, portanto é mais difícil de ser eliminada [9, 10]. A microsegregação pode originar bandeamento e trinca intergranular na ZAC [11].

Após a laminação a quente, a microsegregação dá origem a uma estrutura alinhada denominada banda primária, que se caracteriza por fibras com alternância de alto e baixo grau de segregação dos elementos solúveis em aço (P, Mn, Si, Ni, Cr, Mo, etc...) ou de seus constituintes insolúveis (sulfetos, óxidos, etc...) [9]. Elementos como Si, Cr e Mo restringem o campo austenítico, aumentando a temperatura A3. A região solidificada a partir da porção restante do metal, região interdendrítica, será enriquecida com estes elementos, apresentando maior temperatura de transformação do que as dendritas. Nestas regiões deverá se iniciar a formação de

ferrita proeutetóide. A transformação estará terminada com a formação de perlita nos ramos interdendríticos. O deslocamento da temperatura A_3 tende a anular o retardamento da transformação pelos elementos de liga, enquanto que o início da transformação é favorecido nas regiões correspondentes as antigas dendritas, pobres em elementos de liga. No caso do Si esta influência é menor; em contraposição a ação do Cr e Mo poderá compensar o efeito da elevação da temperatura AR_3 desde que a velocidade de resfriamento seja adequada [8].

Elementos como Ni e Mn alargam o campo austenítico, abaixando a temperatura A_3 . Nestes casos as dendritas possuem maior temperatura de transformação; a região proeutetóide se inicia na região corresponde à antiga região dendrítica e termina na região que se solidificou por último (interdendrítica), juntamente com a formação de perlita. Tais elementos fazem com que o abaixamento da temperatura A_3 e o retardamento da transformação no campo interdendrítico tenham o mesmo efeito sobre a distribuição de C. Supõe-se que este tipo de bandejamento ocorra sob baixas taxas de resfriamento. Caso a ação do Si ou elementos semelhantes seja predominante, ocorrerá a formação de ferrita em formas de bandas nas regiões interdendríticas; caso a ação de Mn ou elementos similares seja predominante, ocorrerá a formação de perlita bandeada nestas regiões [8].

2.6. Fatores que determinam o grau do bandejamento

O grau de bandejamento está diretamente relacionado ao grau de segregação, que se origina pela diferença de concentração dos elementos de liga durante o processo de solidificação. Três fatores são determinantes na intensificação do grau de bandejamento: velocidade de resfriamento após re-austenitização, tamanho de grão e distância entre bandas.

A velocidade de resfriamento é um dos parâmetros para o controle da difusão do carbono no aço. O bandejamento se tornará mais característico na medida em que se reduz a velocidade de resfriamento após a austenitização.

O tamanho de grão austenítico influencia no intervalo entre as bandas de segregação. Quando o tamanho de grão austenítico é pequeno em relação ao intervalo das bandas de segregação primária, a estrutura bandeada poderá se formar de modo normal. Caso o tamanho de grão seja maior do que as bandas de

deformação o bandeamento haverá o desaparecimento do bandeamento [12]. O intervalo entre bandas e o tamanho de grão são dependentes da velocidade de solidificação, deformação e tratamento térmico. O controle adequado da conformação e do tratamento térmico permite balancear o tamanho de grão e o intervalo entre bandas de modo a se produzir microestrutura praticamente livre de bandeamento [8].

Um possível problema originado pelo bandeamento é a formação de trincas em gancho (*Hook Cracks*) em tubos ERW e, a nucleação e propagação de trinca-degrau por induzida por hidrogênio (*HIC/hydrogen induced cracks*) [11].

2.6.1. Fatores que afetam a segregação central na chapa.

A segregação central na chapa é resultado de diversos fatores como concentração de carbono, superaquecimento da chapa, espessura da zona equiaxial, concentração de enxofre e velocidade do lingotamento contínuo.

Bhadeshia [13] afirma que a segregação central nos aços microligados pode estar relacionado com a variação da concentração de manganês. A ferrita se forma primeiro nas regiões empobrecidas em manganês causando a concentração de carbono na austenita enriquecida em manganês [13, 14] (Figura 3).

Figura 3 - Concentração de manganês na linha central de segregação. FONTE: IRVING 1984 [14].

O baixo superaquecimento do aço favorece o aumento da espessura da zona equiaxial (Figura 4), que beneficia a dispersão dos elementos segregados entre os grãos equiaxiais [14]. Onde A, B, C e D são períodos diferentes de amostragem em uma amostra com 230 mm de espessura. O período A corresponde a 210000 toneladas, B tem 85000 toneladas, C tem 26000 toneladas e D tem 24000 toneladas.

Figura 4 - Influência da zona equiaxial na linha central de segregação. FONTE: IRVING 1984 [14].

2.7. Laminação Termomecânica controlada

Os elementos microligantes presentes na composição do aço, como Nb, Ti e V, auxiliam no refinamento dos grãos austeníticos, assim como no endurecimento por precipitação de carbonetos e carbonitretos de nióbio na ferrita [15].

O processo termomecânico controlado é indispensável para maximizar os efeitos dos microligantes Nb, V e Ti no controle do tamanho de grão, formação de precipitados e nas transformações de fase. A laminação termomecânica não só contribui com o aumento da resistência mecânica, como possibilita redução significativa dos elementos de liga, em especial o carbono. [5]

A laminação controlada se resume em três etapas: laminação de esboçamento, fase de espera e laminação de acabamento (Figura 5).

2.7.1. Laminação de esboçamento

A laminação de esboçamento é feita sob altas temperaturas, onde a austenita se recristaliza completamente durante o intervalo entre os passes de laminação. A deformação aplicada a cada passe precisa ser alta suficiente para promover a recristalização plena da austenita entre passes.

2.7.2. Fase de espera

Na fase de espera a laminação é interrompida pois o material encontra-se dentro da faixa de temperatura onde os elementos de micro-liga (principalmente o Nb) torna a recristalização da austenita intermitente. Isso poderia levar ao surgimento de microestrutura com grãos de tamanho heterogêneo, o que tende a prejudicar a tenacidade do material.

2.7.3. Laminação de acabamento

Cada passe de laminação abaixo da temperatura de não-recristalização da austenita (T_{nr}), temperatura acima da linha A3, promove encruamento progressivo dos grãos austeníticos. Os elementos de micro-liga, especialmente o Nb, suprimem a recristalização da austenita, originando grãos austeníticos em formato achatado (“panquecado”).

Figura 5 - Evolução da microestrutura durante a laminação termomecânica controlada [Wilson 1988].

A formação de ferrita a partir de uma austenita totalmente recristalizada ocorre de maneira seletiva, aparecendo primeiro em regiões empobrecidas em carbono e Mn. À frente da interface de ferrita ocorre o enriquecimento local de elementos de liga segregados, e a austenita se transforma em uma segunda fase rica em carbono. A temperatura de acabamento influencia na cinética de formação de ferrita. Em temperaturas no campo inferior do campo austenítico, abaixo da temperatura de recristalização, a transformação em ferrita é fortemente acelerada, resultado da energia introduzida pela deformação. Com isso, a formação de ferrita praticamente independente da concentração local de elementos de liga, tornando-se homogênea em todo o material. Além disso, a taxa de nucleação é aumentada, devido a maior quantidade de superfície específica de área associada aos contornos e subcontornos de grão, tornando a nucleação intergranular mais eficiente (Figura 6). Os grãos ferríticos apresentam-se mais refinados e o bandeamento menos efetivo, desde que os outros parâmetros se mantenham constantes [8].

Figura 6 - Evolução do tamanho de grão da austenita e ferrita de acordo com a temperatura final de laminação [16].

Os aços microligados em estudo se ajustam a norma API 5L. Estes aços são fabricados com baixos teores de carbono, teores de manganês de até 1,7% e adições de nióbio, vanádio e titânio, que somados não ultrapassam a 0,15% em peso.

Dependendo da microestrutura objetivada e da prática de laminação adotada, outros elementos, como molibdênio e boro podem ser adicionados. [6]

O resfriamento acelerado permite a formação de microestruturas formadas em baixa temperatura em maior quantidade [4,17], permitindo a obtenção das características mecânicas requeridas, além de proporcionar a redução de teores de elementos de liga e, tornar menos rígido o processo de laminação termomecânica [18]. O resfriamento acelerado do aço para tubo grau API X80 é interrompido na faixa de 400 a 500°C, objetivando a não-formação de martensita. Para graus superiores de resistência mecânica o resfriamento é feito de forma mais intensa e a interrupção é feita em temperaturas mais baixas [17].

No aço em estudo utilizou-se o processo termomecânico controlado, e as chapas foram resfriadas sob ar calmo.

2.8. Conformação de tubos.

A conformação de tubos para gasodutos é feita pelo processo U-O-E (Figura 7). A sigla U significa que a chapa é inicialmente dobrada em U, depois conformada em O e no final o tubo sofre expansão hidrostática (E).

A seguir encontram-se descritos os procedimentos adotados na conformação de chapas para a fabricação de tubos para gasodutos. O primeiro passo inicia-se com uma inspeção preliminar, com a finalidade de encontrar possíveis macrodefeitos e prevenir possíveis trincas longitudinais. A seguir a chapa é usinada longitudinalmente, dobrada em U (Figura 8), conformada em O. O tubo, assim conformado é devidamente inspecionado. As etapas seguintes são selamento, faceamento e soldagem do apêndice. Utiliza-se o apêndice no início e fim do tubo, evitando possíveis ocorrências de defeitos na solda. O tubo é então submetido a soldagem por arco submerso nas regiões interna e externa. Faz-se inspeção de ultra-som na junta soldada para se garantir a ausência de defeitos. O tubo é então submetido à expansão a frio, ajustando o diâmetro do tubo segundo a norma API 5L, realizando-se simultaneamente o alívio das tensões ocasionadas pelo processo de conformação a frio. Realizam-se novos ensaios na junta soldada. Os tubos são pesados e inspecionados dimensionalmente.

Figura 7 - Processo de conformação de tubos U-O-E. FONTE: TENARIS CONFAB.

Figura 8 - Dobramento do tubo em U. FONTE: TENARIS CONFAB.

2.8.1. Efeito do processo de conformação nas propriedades mecânicas da chapa.

Os efeitos provocados pela conformação do tubo geram escoamento descontínuo e perda no limite de escoamento do material devido ao efeito Bauschinger. O efeito Bauschinger é verificado quando a tensão necessária para reverter a direção de deslizamento é menor do que a tensão necessária para continuar o deslizamento na direção original [19].

Quando conformados, o tubo tende a ter um limite de escoamento inferior ao da chapa original devido ao efeito Bauschinger. Aços com estrutura ferríticos-perlíticos tem uma maior tendência de apresentarem o efeito Bauschinger, devido à quantidade de encruamento ser muito pequena. Em aços com ferrita acicular e precipitados finos, não se verifica o efeito Bauschinger. Sob tensão, a densidade de discordâncias ao redor da ferrita é alta, aumentando o limite de escoamento. A deformação ocorre abaixo do limite de escoamento da chapa, resultando em uma curva tensão-deformação contínua [20]. Devido a esse problema fabricantes de chapas grossas são obrigados a objetivar maiores valores de resistência a tração [21].

2.9. Soldabilidade

O equilíbrio existente entre resistência e tenacidade pode ser perdido na zona afetada pelo calor (ZAC), quando o tubo é submetido aos processos industriais de soldagem. A alta temperatura originada pela solda solubiliza o carbono e outros elementos presentes na matriz, ocorrendo posteriormente a transformação dessa austenita sob altas taxas de resfriamento, produzindo microestruturas frágeis nas

regiões próximas ao metal de solda. Por isso, é necessário o controle do teor de carbono, e demais elementos de liga presentes no material.

A soldabilidade é muito dependente da composição química do aço e pode ser analisada quantitativamente em termos do carbono equivalente (C_{eq}), conforme as equações 1 e 2. Quanto maior o carbono equivalente, menor a soldabilidade do aço [6].

$$C_{eq} = C + \frac{Mn}{6} + \frac{(Cr + Mo + V)}{5} + \frac{(Cu + Ni)}{15} \quad (1)$$

$$C_{eq}(pcm) = C + \frac{Si}{30} + \frac{(Mn + Cu + Cr)}{20} + \frac{Ni}{60} + \frac{Mo}{15} + \frac{V}{10} + 5XB \quad (2)$$

A norma API recomenda que o C_{eq} seja calculado pela equação 1, para teores de carbono acima de 0,12%, e pela equação 2, para teores de carbono até 0,12%.

O aço em estudo é fabricado através de laminação termomecânica controlada sem resfriamento acelerado, como foi dito anteriormente. A ausência de resfriamento acelerado é compensada pela composição química, porém a boa soldabilidade apresentada pelos aços microligados se mantêm. A parcela de contribuição dos elementos adicionados é pequena em relação à concentração de carbono, como pode ser visto na equação 2.

2.10. Influência da composição química nos aços API

2.10.1. Carbono

A concentração de carbono é um fator muito importante a ser controlado durante o processo. O teor máximo de carbono deve ser inferior a 0,09%, pois dessa forma durante o aquecimento a liga passará pelo campo delta, onde o coeficiente de difusão do carbono é cem vezes superior ao que é verificado na austenita. Quanto menor for o teor de carbono, melhor as condições de estabilidade da ferrita delta, ou seja, maior o período de tempo sob o qual o aço permanece nesta fase, promovendo uma maior homogeneização de carbono. Isso é um fator benéfico para a tenacidade da ZAC durante a soldagem [22].

2.10.2. Manganês

O manganês atua na redução da temperatura de transição $\gamma \rightarrow \alpha$, auxiliando no refinamento do grão ferrítico. Além disso, teores de até 2% desse elemento auxiliam na formação de bainita. O refinamento dos grãos melhora a resistência mecânica e a tenacidade dos aços [6, 23, 24]. O teor máximo de manganês para o aço API 5L X65 é de 1,45% em peso segundo a norma API 5L do ano 2000.

O manganês tem uma alta afinidade com enxofre formando sulfetos de manganês, que são muito plásticos durante a etapa de laminação, produzindo inclusões alongadas no interior da matriz direcionada pelo sentido de laminação da chapa. A ductilidade e tenacidade do material diminuem com a presença desse tipo de inclusão, que representam pontos de concentração de tensões no material [24]. As inclusões podem ser globulizadas pela injeção de CaSi durante o refino de aço líquido.

2.10.3. Silício

O silício é incluído na categoria dos elementos que aparecem apenas na ferrita, assim como, o níquel, cobre e o fósforo, eles normalmente são encontrados em solução sólida na ferrita. A solubilidade do silício na cementita e carbonetos de liga muito baixo; esse elemento estimula a formação de ferrita proeutetóide, restringindo a presença de austenita [24].

O silício é também utilizado como desoxidante do aço, reduzindo a formação de monóxido de carbono e, conseqüentemente reduzindo a porosidade do material [24].

2.10.4. Boro

O elemento boro é um forte formador de nitreto e fica inativo em aços não tratados com titânio e zircônio. O boro segrega nos contornos de grãos austeníticos abaixando a temperatura de transformação $\gamma \rightarrow \alpha$, propiciando a formação de martensita e bainita. Com isso, beneficia os tratamentos térmicos (têmpera e revenimento), porém prejudica a laminação a quente, a menos que a porcentagem em peso de boro seja menor ou igual a 0,035%. Em altas quantidades o boro

aumenta a região de alta dureza na ZAC, produzindo fases frágeis que reduzem a tenacidade e propiciam a fragilização por hidrogênio [24].

2.10.5. Enxofre

O enxofre recombina-se com manganês formando sulfeto de manganês, que reduz a energia absorvida no ensaio Charpy de impacto transversal. Valores altos de energia Charpy são necessários para evitar a ocorrência de propagação de fratura frágil no material. É normal reduzir o enxofre para teores menores que 0,01%. As inclusões de sulfeto de manganês após a laminação apresentam-se alongadas devido a plasticidade. Para evitar a formação de sulfetos de manganês adiciona-se cálcio (0,001-0,005%), que formam inclusões não alongadas durante o processo de laminação [24].

2.10.6. Fósforo

O fósforo é uma impureza que tem uma forte tendência a segregar durante a solidificação [6, 24]. Como resultado, contribui para a segregação central e o bandeamento nos aços com microestrutura ferrítica-perlítica.

2.10.7. Nitrogênio

O nitrogênio em solução sólida contribui para o aumento da resistência mecânica, mas prejudica a tenacidade do aço.

A concentração máxima de nitrogênio recomendado para laminação a quente em aços de alta resistência varia entre 0,009 até 0,008%, podendo ser otimizado com titânio 0,009 até 0,015%, que reduz a atividade do nitrogênio a níveis aceitáveis de tolerância [24].

O nitrogênio forma precipitados de nitreto de titânio (TiN), nitreto de alumínio (AlN) e carbonitreto de nióbio (Nb(CN)) os quais suprimem a recristalização da austenita, e controlam o crescimento do grão austenítico. Durante a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ o nitrogênio poderá formar precipitados de nitreto de vanádio (VN), que auxiliam no endurecimento por precipitação do aço [6, 23, 24].

2.10.8. Principais elementos químicos dos aços microligados.

Os principais elementos dos aços microligados são: nióbio, titânio e vanádio. Podem ser encontrados na forma de carbonetos, nitretos, carbonitretos ou em solução sólida. A maioria dos elementos microligados formará carbonetos e nitretos, por serem termodinamicamente mais estáveis que a cementita (Figura 9); nesta figura estão indicadas as entalpias de formação, ΔH , a quantidade de carbonetos está diretamente relacionada ao teor de carbono no aço [23]. A partir do entendimento das entalpias de formação dos carbonetos e nitretos, pode-se introduzir um determinado elemento de liga em uma função específica na produção da chapa. Tendo a formação de carboneto, nitreto e carbonitreto em diferentes temperaturas, uma contribuição na cinética de transformação e/ ou alteração das propriedades mecânicas ao longo do processamento da chapa.

Figura 9 - Entalpias de formação de nitretos, carbonetos e nitretos comparados à cementita. FONTE: Honeycombe [23].

2.10.8.1. Nióbio

O nióbio quando utilizado corretamente aumenta a resistência mecânica e tenacidade do aço. O uso de Nb permitiu reduzir o teor de carbono de 0,18 para 0,12% em peso, reduzindo a fração de perlita na microestrutura e eventuais perdas

de ductilidade [25] A concentração do nióbio no aço pode variar de 0,02 a 0,06% nos aços API e, dependendo do processamento termomecânico e composição química, pode contribuir com a resistência mecânica:

- Controla o tamanho de grão de γ , na faixa de temperatura em que ocorre recristalização de γ , pela precipitação de Nb(CN) nos contornos de grão;
- Aumenta a temperatura de não recristalização de γ , pelo “arraste de soluto” e formação de precipitados de Nb(CN) induzidos pela deformação no campo austenítico;
- Abaixa a temperatura de transformação $\gamma \rightarrow \alpha$, pelo “arraste de soluto” e formação de precipitados de NbC na interface γ/α ;
- Endurecimento por precipitação, pela precipitação de NbC finos e dispersos na matriz, após a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$.

O Nb eleva à resistência a deformação a quente da austenita devido a efeitos de solução sólida, mas seu efeito é ainda mais intenso durante a etapa de acabamento. Nessa etapa ocorre a supressão da recristalização da austenita entre os passes de laminação promovida por essa microliga, que eleva as cargas de laminação. A ausência de recristalização faz com que o produto tenda a apresentar problemas de planicidade, já que não ocorrem processos de relaxação que neutralizam as tensões residuais decorrentes da laminação.

2.10.8.2. Titânio

O titânio é um forte estabilizador de ferrita. Em concentrações crescentes de titânio o campo γ diminui até desaparecer (Figura 10).

Figura 10 – Diminuição do campo austenítico em função da concentração de titânio. FONTE: Honeycombe [23]

O titânio se recombina com o nitrogênio em altas temperaturas formando nitreto de titânio (TiN) reduzindo a quantidade de nitrogênio em solução sólida e inibindo o crescimento do grão austenítico [6, 23]. Concentrações de titânio na faixa de 0,01 e 0,02% aumentam a tenacidade do aço, desde que a velocidade de resfriamento aplicada ao veio durante o lingotamento contínuo seja suficientemente alta para promover a precipitação de dispersões muito finas e estáveis de TiN [6, 26].

2.10.8.3. Vanádio

O vanádio em aços microligados ao Nb tende a melhorar a resistência ao trincamento a quente. Isso pode ser atribuído ao aumento do tamanho dos precipitados intragranulares promovido pela presença do vanádio; reduzindo o potencial endurecedor dos precipitados, evitando a formação de gradientes de dureza significativos entre o interior dos grãos e seus contornos [26].

O vanádio é estabilizador de ferrita. O vanádio pode formar carboneto de vanádio (VC) e nitreto de vanádio (VN) durante e após a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$.

Os precipitados formam-se em baixa temperatura, por isso são finos. A adição de Ti na composição química dos aços microligados favorece a precipitação de TiN em altas temperaturas, inibindo a formação de VN, sendo o VC o responsável pelo endurecimento por precipitação [27].

2.11. Soldagem pelo método arco submerso.

A soldagem é um processo que visa à união localizada de materiais similares ou não. Existem basicamente dois grandes grupos de processos de soldagem: o primeiro se baseia no uso de calor, aquecimento e fusão parcial das partes a serem unidas, denominado "processos de soldagem por fusão", o segundo se baseia na deformação localizada nas partes a serem unidas, conhecida como "soldagem por pressão" ou "soldagem no estado sólido".

O processo de soldagem por arco submerso (*SAW/Submerged arc welding*), usado na fabricação de tubos pelo processo U-O-E, faz parte do primeiro grupo. É um método que utiliza o calor fornecido para fusão do material, o qual é gerado por um arco formado pela corrente elétrica passando entre o(s) arame(s) de soldagem e a peça. A ponta do(s) arame(s) de soldagem, arco elétrico e a peça são cobertos por uma camada líquida de fluxo. O fluxo é fornecido como um material mineral granulado.

2.11.1. Influência da soldagem na microestrutura e propriedades mecânicas

O gradiente térmico originado pela alta temperatura e pela taxa de resfriamento durante o processo de soldagem influencia a morfologia da microestrutura e a tenacidade da matriz, o que pode afetar a resistência e fragilizar o metal-base. A região cujas características são alteradas pela temperatura de solda é chamada de zona afetada pelo calor (ZAC). A Figura 11 mostra a micrografia e a ZAC de uma junta soldada de um aço ARBL, com dois passes de solda.

Figura 11- (a) micrografia de uma junta soldada com dois passes de um aço ARBL; (b) Ilustração da ZAC obtida com soldagem de dois passes [49].

A ZAC de um aço-carbono pode ser decomposta nas seguintes regiões: de crescimento de grão; refino de grão; parcialmente transformada; e de esferoidização de carbonetos, além do metal-base não afetado [28];

Na região da ZAC onde as temperaturas de solda são menores que a linha AC1, chamada de região sub-crítica, ocorre a precipitação de carbonetos, nitretos e carbonitretos. A formação desses precipitados resulta no endurecimento por precipitação diminuindo a tenacidade nessa região.

NA região da ZAC onde as temperaturas encontram entre a linha AC1 e AC3, chamada de região intercrítica, o carbono se solubiliza na austenita.

2.12. Curvamento de tubos

Os tubos podem ser curvados utilizando dois métodos: a frio ou a quente. Tubos curvados com raio de curvatura grande ou ângulos pequenos de curvatura são fabricados a frio. Tubos com curvaturas maiores que 90° e raio de curvatura pequeno são fabricados a quente.

O curvamento a quente geralmente é feito através do processo de indução em alta frequência. Este processo consiste no aquecimento por meio indutivo de uma faixa estreita de 360° em volta do tubo. A temperatura de aquecimento para efetuar o curvamento abaixo da linha AC₃ garante a homogeneização da microestrutura. O tubo é empurrado a uma velocidade constante através da bobina de indução. Após o material passar pela bobina de indução e ser conformado, o tubo é resfriado por ar comprimido ou por jato d'água [29]. A norma que regulamenta o curvamento a quente por indução é a ABNT NBR 15273 [30].

2.13. Importância da taxa de resfriamento na microestrutura

A compreensão das microestruturas obtidas sob diferentes taxas de resfriamento dos aços API é um importante aliado para o entendimento das etapas de processo de produção, como a laminação termomecânica controlada, a soldagem da chapa e curvamento de tubos a quente. Todos os processos citados anteriormente ocorrem sob altas temperaturas, que promovem um gradiente de temperaturas no local afetado, originando mudanças microestruturais nesse local. A etapa de resfriamento

feita sob taxas diferentes simula o gradiente de temperatura na região afetada pelo calor, assim como a mudança morfológica das microestruturas.

2.14. Diagrama de Transformação por Resfriamento Contínuo

O diagrama TRC de um determinado aço é uma ferramenta utilizada para prever a microestrutura gerada por uma determinada taxa de resfriamento

Esse diagrama pode ser utilizado na previsão da microestrutura obtida por meio da laminação termomecânica controlada, soldagem e curvamento de tubos por indução.

Há vários métodos para determinação do diagrama TRC; a técnica de dilatometria [31], permite o monitoramento em tempo real da evolução das transformações através da monitoração de mudanças dimensionais da amostra durante a aplicação dos ciclos térmicos. Quando o aço apresenta uma transformação de fase, ocorre alteração desde a estrutura de cúbica de corpo centrado (CCC)↔cúbica de face centrada (CFC), que é acompanhada de uma alteração volumétrica da amostra. Através da curva dT/dt versus T gerados pelo software do dilatômetro são determinadas as temperaturas de início e fim de uma transformação para cada taxa de resfriamento.

Manohar [32] obteve o diagrama TRC de um aço com composição química 0,08% de carbono, 1,55% de manganês, 0,41% de silício, 0,027% de alumínio, 0,18% de molibdênio, 0,031% de nióbio e 0,013% de titânio. Em taxas de resfriamento na faixa de 0,3 a 1°C/s encontrou ferrita poligonal e perlita; na faixa de 1 a 30°C/s encontrou ferrita granular; e acima de 30°C/s encontrou bainita superior (Figura 12).

Figura 12 - Diagrama TRC de um aço microligado. PF=Ferrita poligonal, B_3^{m-a} =Ferrita granular e B_2^C =Bainita superior [32].

Zhao [33] obteve o diagrama TRC de um aço microligado (Figura 13) com composição química 0,077% de carbono, 0,25% de silício, 1,28% de manganês, 0,001% de fósforo, 0,0006% de enxofre, 0,045% de nióbio, 0,053% de vanádio, 0,027% de titânio, 0,0011% de oxigênio e 0,0018 de nitrogênio. Para a taxa de resfriamento de 50°C/s a microestrutura transformada é composta por ferrita bainítica e ferrita acicular. Diminuindo a taxa para 10°C/s a microestrutura predominante é de ferrita acicular. Quando a taxa reduz para 1°C/s, a microestrutura transformada passa a se constituir de ferrita poligonal e perlita.

Figura 13 – Diagrama TRC de um aço microligado. BF=Ferrita bainítica, AF=Ferrita acicular, PE=Ferrita poligonal e P=Perlita [33].

Hao [34] austenitizou as amostras a temperatura de 1250°C por 300s, depois resfriou a 900°C e homogeneizou por 20s resfriando a diferentes taxas de resfriamento. A composição química em peso do aço estudado foi de 0,08% de C, 0,2% de Si, 1% de Mn, 0,01% de P, 0,02% de Cu, 0,05% de Al e Nb + Ti <0,1.

A partir dos dados obtidos nos ensaios de dilatometria foi obtido o diagrama TRC mostrada na Figura 14. Para taxas de resfriamento na faixa de 0,1-1°C/s a microestrutura foi constituída por perlita. A medida que a taxa de resfriamento aumenta, a quantidade de ferrita proeutetóide diminui, e aumenta a quantidade de bainita de baixo carbono. A martensita foi observada na taxa de resfriamento de 60°C/s.

Figura 14 – Diagrama TRC do trabalho de HAO. [34]

2.15. Microestruturas características dos aços microligados.

Com a modernização dos processos de produção de chapas para tubos para gasodutos surgiram novas microestruturas. Os mecanismos responsáveis pela mudança das microestruturas são: composição química, processo de laminação termomecânica e resfriamento acelerado. A nomenclatura proposta por Krauss e Thomson [35] foi utilizada para identificar as microestruturas presentes.

Tabela 1 - Simbologia microestrutural segundo Krauss e Thompson.

Símbolo	Nomenclatura
α_p	Ferrita Poligonal
α_q	Ferrita quase-poligonal
α_w	Ferrita Widmanstätten = Ferrita acicular
α_B^o	Ferrita Bainítica
α_B	Ferrita Bainítica Granular = Ferrita Granular
γ_p	Austenita Retida
MA	Constituinte Austenita-Martensita
αM_x	Martensita
Bu	Bainita Superior
BL	Bainita Inferior
P	Perlita
P'	Perlita degenerada

A microestrutura característica de aços ARBL sob baixas taxas de resfriamento (aproximadamente 1°C/s [32, 33, 34]) é constituída de ferrita/perlita.

Diversos autores, como Zhang, Shanmugam, Park e Zajac [36, 37, 38, 39], descrevem a presença de perlita degenerada em aços microligados com nióbio, como mostra a Figura 15

Shanmugam e outros [40], em um estudo com diferentes tipos de aços microligados, sugeriram que o aumento da tenacidade de aços microligados ao Nb pode ser atribuído à elevação da quantidade de perlita degenerada presente nestes aços.

Park e outros [38], estudaram como a microestrutura influencia o aprisionamento de H durante a fratura induzida por esse elemento. Três tipos de microestrutura foram analisados: ferrita/perlita degenerada, ferrita/ferrita acicular e ferrita/bainita. O aprisionamento de H na microestrutura, quando o material é submetido a esforços mecânicos, aumenta o acúmulo de tensões no local, iniciando microtrincas. Através dos resultados obtidos estes autores concluíram que a perlita degenerada é a microestrutura menos eficiente no aprisionamento de H.

A perlita degenerada (Figura 15) é formada em taxas de resfriamento, em que ocorre o crescimento entre ferrita e cementita através da saturação de carbono na frente de crescimento da transformação. Furuhashi e outros [41], explicaram o possível desenvolvimento da estrutura perlita degenerada. As colônias de perlita degenerada começam a se formar nos contornos de grãos austeníticos. O primeiro núcleo de ferrita proeutetóide rejeita carbono para a fase austenítica na interface α/γ . A concentração de carbono na fase austenítica excede o limite de solubilidade, precipitando cementita na interface α/γ . Em função da diminuição da concentração de carbono, o crescimento de ferrita recomeça, crescendo em direções aleatórias.

Figura 15 – Perlita degenerada em aço microligado com Nióbio. a) FONTE: ZHANG. b) ZAJAC [39].

Zajac e outros [39] caracterizaram outros microconstituintes para aços API como bainita granular, perlita degenerada, bainita, microconstituente MA e martensita. A microestrutura de uma bainítica típica é mostrada na Figura 16a, bainita com

cementita, Quando a formação de cementita é inibida, partículas alongadas de MA são formadas, como mostra a Figura 16b.

a

B

Figura 16 – Microestrutura bainítica. a) Bainita com cementita; b) Bainita com MA. FONTE: ZAJAC [39]

3. Objetivos

Ensaio preliminares da caracterização microestrutural da amostra como recebida revelaram diferenças na microestrutura ao longo da espessura da chapa, levantando a hipótese de que existiriam diferenças de composição química entre diferentes regiões da chapa, fato que poderia provocar heterogeneidades de propriedades mecânicas no produto final. O objetivo deste trabalho foi, face a esta hipótese:

- Caracterizar a microestrutura da chapa como recebida.
- Caracterizar e comparar os microconstituintes observados em amostras retiradas da região central e de outras regiões da chapa, austenitizadas e submetidas a diferentes taxas de resfriamento, através de microscopia óptica e eletrônica de varredura, determinando-se a fração volumétrica das fases envolvidas via analisador de imagens e da quantidade de martensita/austenita retida via saturação magnética.
- Estudar as diferenças na cinética de transformação entre as regiões central e periféricas da chapa, através dos diagramas de transformação por resfriamento contínuo.

4. Procedimento Experimental.

4.1. Metodologia utilizada.

A Figura 17 mostra o fluxograma da metodologia proposta neste trabalho.

Figura 17 - Fluxograma da metodologia utilizada.

A primeira etapa do trabalho foi caracterizar a chapa como recebida. A amostra foi caracterizada por análise metalográfica utilizando diferentes reagentes químicos (nital e Klemm1) e, por diferentes microscópias (MEV e MO). Foram feitas medidas de microdureza e análise química para caracterizar a amostra no sentido da espessura da chapa (longitudinal).

Na segunda etapa, os corpos de prova foram usinados e austenitizados a 1200°C por 15 min. e resfriados em água, de forma a colocar em solução quase a totalidade dos carbonetos e carbonitretos de V, Nb e Ti. Após o tratamento térmico as amostras foram ensaiadas no dilatômetro, sendo elas aquecidas até 950°C durante três minutos e resfriadas sob diferentes taxas. Os dados obtidos nos ensaios de

dilatometria foram utilizados para construir o diagrama de transformação por resfriamento contínuo (TRC). As amostras ensaiadas no dilatômetro foram caracterizadas por ensaios de saturação magnética e análise metalográfica. A primeira técnica foi utilizada para quantificar a porcentagem de austenita residual na matriz para as diferentes taxas de resfriamento. A segunda técnica para caracterizar as microestruturas presentes nas amostras, relacionando-as com a curva de resfriamento contínuo do material. Os ensaios de microdureza foram feitos antes e depois dos ensaios dilatométricos para verificar como a taxa de resfriamento influencia a microestrutura e a dureza da chapa.

4.2. Dados da amostra como recebida.

O aço em estudo é um aço microligado para tubos da série API X65 doado pela COSIPA. A chapa possui as seguintes dimensões: 17,48 X 375 X 465 mm. A composição química fornecida pelo fabricante para este aço está na Tabela 2:

Tabela 2 - Composição química de amostra do aço API X65.

C	Mn	P	S	Si	Al	Nb+Ti+V	N
0,095	1,49	0,018	0,002	0,23	0,044	0,1% máx.	0,005

De acordo com a norma API 5L, o aço para tubo API X65 possui limite de escoamento variando entre 448 e 600 MPa de acordo com a Tabela 3.

Tabela 3 - Características mecânicas do aço API grau X65 segundo a norma API 5L.

	Ensaio de Tração				Ensaio Charpy a 0°C			
	Transversal				Transversal		Longitudinal	
	Limite de escoamento 0,5%		Limite de resistência		Energia	Área dúctil	Energia	Área dúctil
X65	448MPa	600MPa	531MPa	758MPa	27J/cm ²	-	41J/cm ²	-

4.3. Identificação das regiões na chapa

A chapa foi identificada em duas bordas: superior e inferior, conforme mostra a Figura 18. A borda superior é a face da chapa em que teve contato com o ar. A

borda inferior da chapa é a face da chapa em que ficou em contato com a mesa de rolos.

Figura 18 – Identificação das regiões da chapa.

4.4. Caracterização das amostras

4.4.1. Metalografia convencional

As amostras foram embutidas em baquelite e lixadas em lixas de grana 180, 220, 320, 400, 600 e 1200, polidas com pasta de diamante de 6, 3 e 1 μ m, e logo a seguir, em sílica.

4.4.2. Reagentes químicos utilizados.

4.4.2.1. Nital 2%.

É utilizado para criar contraste entre a ferrita e perlita, diferenciar martensita da ferrita e contornos de grão. O nital é composto de 2mL de ácido nítrico e 98mL de álcool etílico (PA).

4.4.2.2. Klemm 1

O reagente Klemm 1 [42, 43] é utilizado para colorir as fases presentes no aço. A coloração das fases está relacionada com a espessura da camada de filme fino

depositada sobre as fases, do comprimento da onda da luz incidente na amostra e da orientação cristalográfica da fase analisada.

O reagente Klemm 1 foi utilizado para identificar o microconstituente MA do aço API X65.

O Klemm 1 é composto por 1g. de metabissulfito de potássio dissolvido em 50 mL de solução aquosa saturada de tiosulfato de sódio.

4.5. Microscópio óptico.

As aquisições de imagem foram feitas pela câmera digital Micrometrics SE Premium acopladas no microscópio da marca Olympus do laboratório de metalografia PMT-EPUSP.

4.6. Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

As imagens de microscopia eletrônica de varredura foram obtidas através do MEV da marca Philips XL-30 do Laboratório de Microscopia Eletrônica e de Força Atômica PMT-EPUSP.

4.7. Análise Química por Espectrometria de Emissão Atômica com Plasma Induzido (ICP-AES) em diferentes regiões da chapa.

A análise por ICP-AES foi feito no equipamento da marca Perkin-Elmer CHN 2400 do Laboratório de Análise Elementar da Central Analítica do Instituto de Química da Universidade de São Paulo. Foram retiradas amostras de três regiões: Borda superior, região central e borda inferior da chapa, como mostra a Figura 19.

As amostras do centro da chapa foram retiradas através de uma broca de aço rápido com diâmetro de 0,8 mm; para as demais se utilizou broca de 3 mm de diâmetro.

Figura 19 - Imagem da espessura da chapa, mostrando a retirada de cavaco de regiões diferentes.

Para auxiliar na retirada de cavaco foi utilizado óleo lubrificante.

Antes de fazer a análise por ICP-AES, as amostras foram introduzidas em um filtro de papel, que foi colocado dentro de um funil de vidro, e logo a seguir, lavada com hexano P.A. para retirar a oleosidade da amostra.

4.8. Tratamento térmico.

Os tratamentos térmicos foram feitos no forno mufla da marca Brasimet do Laboratório de Transformação de Fases PMT-EPUSP.

4.9. Ensaio de microdureza

As medidas de microdureza foram feitas no microdurômetro eletro-mecânico da marca Buehler Micromet 2100 do Laboratório de Fenômenos de Superfície (LFS) do PME-EPUSP com endentador piramidal. Os ensaios de microdureza foram utilizados para caracterizar mecanicamente as amostras.

As medidas de microdureza foram realizadas na chapa como recebida, após os tratamentos térmicos de homogeneização e precipitação de carbonetos, e nas amostras de dilatométrica.

4.10. Teste para verificação da solubilização dos carbonetos de nióbio.

No decorrer dos processos de soldagem e curvamento a quente por indução de tubos é necessária a aplicação de altas temperaturas. A alta temperatura e o tempo de permanência da solda ou indutor nas regiões termicamente afetadas pelo calor no aço podem solubilizar grande parte dos precipitados originados durante a LTC, proporcionando o crescimento dos grãos austeníticos.

Os testes objetivaram simular os processos de soldagem e curvamento de tubos a quente, na condição mais crítica, onde grande parte dos precipitados finos presentes nos contornos de grãos austeníticos solubilizaram, promovendo um relativo crescimento de grão.

Os corpos de prova retirados da chapa como recebida foram cortados no sentido longitudinal da chapa, em 4 partes iguais de 7 X 17,48 mm.

Os tratamentos térmicos foram feitos em um forno tubular a vácuo, evitando possíveis descarbonetações do aço. As amostras foram separadas em três etapas; no primeiro tratamento térmico, as amostras 3 e 4, foram aquecidas a 950°C e temperadas em água; no segundo tratamento térmico, as amostras 1 e 2, foram austenitizadas a 1200°C e temperadas em água; no terceiro tratamento térmico, as amostras 2 e 4, foram envelhecidas através de um aquecimento a 600°C durante uma hora e resfriados ao ar. O roteiro dos tratamentos térmicos pode ser acompanhado na Tabela 4.

Tabela 4 - Roteiro dos Tratamentos Térmicos.

Amostra	Temperatura de austenitização (°C)	Tempo de homogeneização (min.)	Temperatura de revenimento (°C)	Duração do revenido (min.)
1	1200	20		
2	1200	20	600	60
3	950	20		
4	950	20	600	60

Para verificar a eficiência dos tratamentos térmicos na solubilização dos precipitados foram feitas medidas de microdurezas em cada amostra. Na preparação das amostras para a medida das microdurezas foi utilizado metalografia

convencional. A carga utilizada foi de 300g com espaçamento de 1 mm entre as endentações.

Objetivando eliminar o efeito das possíveis segregações e orientações presentes na amostra, as endentações foram feitas ao longo da diagonal da secção longitudinal da chapa como mostra a Figura 20.

Figura 20 - A linha ligando os dois vértices do retângulo representa a região onde foram feitas as endentações.

4.11. Tratamentos de envelhecimento

A partir dos resultados apresentados na experiência anterior, notou-se que a temperatura de austenitização sob temperatura de 1200 °C foi a mais indicada para solubilizar os precipitados existentes na chapa como recebida. Os tratamentos de envelhecimento descritos a seguir simulam a formação de precipitados após o processo de soldagem ou curvamento de tubos por indução a quente. BATISTA [44] verificou em um aço microligado para tubo API 5L X80, que a região submetida ao aquecimento por curvamento (extradorso, intradorso e linha neutra) sofre uma redução no limite de escoamento ficando abaixo dos limites mínimos exigidos por norma. A solução proposta por ele foi o tratamento por envelhecimento, que possibilita o aumento do limite de escoamento por endurecimento de segunda fase (precipitação).

Para os tratamentos térmicos foram utilizados 5 amostras em forma de paralelepípedo com dimensões de 9 X 17,6 X 31 mm, da chapa com recebida, austenitizadas sob vácuo a 1200 °C durante 20 min. e temperadas em água. A partir de cada paralelepípedo foram originadas 6 amostras de 9 X 17,6 X 3 mm cortadas no sentido transversal do paralelepípedo. As amostras foram tratadas à 700, 600, 500 e 400 °C em banho de estanho, e para cada temperatura foram utilizados tempos diferentes: 1, 5, 15, 30, 60 e 120 min.

Na preparação dos corpos de prova para determinação da microdureza foi utilizado metalografia convencional. A carga utilizada no microdurômetro foi de 300 g, sendo feitas 5 endentações na diagonal transversal da superfície da amostra.

4.12. Usinagem dos corpos de prova para ensaio dilatométrico

As amostras foram retiradas de diferentes regiões incluindo a região central da chapa. Para a usinagem das amostras da região central da chapa, foi necessário reduzir de 7 mm a espessura da chapa com relação às superfícies (borda superior e inferior), como mostra a Figura 21.

Os corpos de prova de dilatometria foram usinados com as seguintes dimensões 12 X 2 mm, paralelos ao sentido de laminação, conforme mostrado na Figura 22.

Figura 21 – Retirada de 7mm em relação às bordas da chapa. Corpos de dilatometria da região central da chapa.

Figura 22 – Dimensões do corpo de prova para ensaios dilatométricos.

4.13. Ensaios de dilatometria

O resultado dos ensaios de homogeneização (apresentados na seção 5.2) levaram à realização de um tratamento térmico de homogeneização antes dos ensaios de dilatometria.

Para este tratamento, as amostras de dilatometria foram encapsuladas em um tubo de vidro de sílica contendo cavacos de Titânio sob vácuo para evitar descarbonetação. As amostras encapsuladas foram introduzidas no forno a 1200°C por 15 minutos e resfriadas em água (solubilizando grande parte dos precipitados). As amostras de dilatometria previamente austenitizadas e temperadas foram ensaiadas em um dilatômetro da marca Adamel Lhomargy do Laboratório do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP sob diferentes taxas de resfriamento. O dilatômetro é constituído por um forno de lâmpadas de fio de tungstênio, refletores elípticos que concentram o calor sobre a amostra, termopar alumel-cromel tipo K com 0,1mm de diâmetro que registra os dados de temperatura e um sensor de deslocamento LVDT (*Linear Variation Differential Transducer*) que registra as variações de comprimento do corpo de prova. O resfriamento objetivado foi feito com um jato controlado de nitrogênio. O ciclo térmico e os dados são processados por meio de um computador em interface com o dilatômetro usando o software DT1000.

Um termopar do tipo K foi soldado nas amostras para dilatometria usando-se um soldador capacitivo. Os fios soldados de alumel e cromel na amostra foram conectados aos termopares e logo a seguir introduzidos no interior do forno.

A ordem das etapas do processo e os parâmetros necessários para a realização dos ensaios foram programados através do software do dilatômetro. As descrições a seguir representam um guia rápido da ordem das etapas e parâmetros realizados nos ensaios de dilatometria. A primeira etapa a ser programada foi o vácuo no interior do forno, que atinge a pressão de 10^{-3} mbar, evitando a descarbonetação da amostra. O forno sob vácuo foi programado para aquecer numa taxa de 20°C/s até a temperatura de 950°C, que foi mantida por três minutos. A programação da etapa de resfriamento do forno inicia-se com a quebra de vácuo com gás nitrogênio e desligamento da bomba de vácuo. As taxas utilizadas no ensaio para determinação da curva de resfriamento contínuo foram: 0,5°C/s, 1°C/s, 5°C/s, 10°C/s, 20°C/s,

30°C/s, 40°C/s, 50°C/s e 60°C/s como mostra a Figura 23; nas taxas de resfriamento de 50 °C/s e 60 °C/s foi utilizado gás He refrigerado em nitrogênio líquido. Para cada ensaio foi utilizado um corpo de prova novo. Três amostras foram utilizadas para cada taxa de resfriamento.

Figura 23 - Ciclo Térmico utilizado nos ensaios de dilatométrica.

4.13.1. Método de obtenção das temperaturas e tempos de transformação

A partir dos dados obtidos nos ensaios de dilatométrica, construiu-se a curva Lo/L versus T no software gráfico Origin. Dois métodos foram testados para a determinação da temperatura de transformação. O método de Speich e outros [45] consiste em traçar linha tangente à curva de resfriamento.

A seleção dos trechos retilíneos da curva Lo/L na etapa de resfriamento foram obtidos a partir do botão “*data selector*” do Origin. A Figura 24a mostra o trecho retilíneo utilizado para a determinação da equação da reta para a reta tangente do primeiro trecho (em vermelho) e para o segundo trecho (em azul). As retas tangentes (Figura 24b) foram obtidas a partir das equações mostradas no quadro da Figura 24a. O ponto onde a reta deixa de tangenciar a curva Lo/L vs T (Figura 24c), determinado a partir do botão “*screen reader*” do Origin, é a temperatura de início de transformação, que no exemplo foi de 763°C. O mesmo procedimento foi feito para a determinação da temperatura final de transformação.

Figura 24 – Curva Lo/L vs T sob taxa de resfriamento de 10°C/s para amostra obtida de regiões diversas da chapa. a) Determinação dos trechos retilíneos para a abtenção da equação da reta. b) retas tangentes a curva Lo/O vs T. c) zoom do primeiro trecho; obtenção da temperatura de início de transformação.

Existe outro método para determinação dos pontos críticos da transformação, é chamado método de superposição das curvas dL/Lo vs $f(\theta)$ e $d(dL/Lo)/d\theta$ vs $f(\theta)$ [46]. Os pontos de início e fim da transformação são determinados pelo cruzamento entre as curvas (Figura 25). A curva de cor preta é a curva referente a etapa de resfriamento do ensaio ($Lo/L \times T$), a curva de cor azul é a curva derivada da etapa de resfriamento. As retas verticais de cor vermelha indicam os pontos de início (To') e fim de transformação (tf') da curva derivada (dL/Lo)/d. As retas verticais de cor preta indicam os pontos de início e fim da transformação obtidos pelo método da linha tangente a curva dL/Lo .

Os dois métodos foram utilizados neste trabalho, porém o método das tangentes foi o que apresentou melhor reprodutibilidade nos resultados. O método de superposição de curvas apresentou muita variação na curva derivada para taxas de resfriamento altas, dificultando a leitura das temperaturas de transformação.

Figura 25 - Método de superposição de curvas para determinar os pontos de início e fim da transformação.

Os tempos de início e fim de transformação foram obtidos através da curva Lo/L vs t (Figura 26) do software do dilatômetro. Os tempos foram obtidos a partir das temperaturas de transformação obtidos pelo método de tangentes descrito anteriormente.

Figura 26 – Curva Lo/L vs t . Obtenção do tempo de início e fim de transformação.

4.14. Ensaios de saturação magnética

Testes de saturação magnética [47] foram utilizados para determinar a concentração de austenita retida para as diferentes taxas de resfriamento.

As medidas de saturação magnética foram extraídas a partir das amostras submetidas a diferentes taxas de resfriamento ensaiadas no dilatômetro.

As curvas de histerese foram obtidas por integradores digitais e o eletroímã de um histeresígrafo Hystergraf IS-300. O eletroímã foi alimentado através de um amplificador de transcondutância Valha Scientific 2555. A amostra é pressionada entre as duas peças polares do eletroímã. Os sinais induzidos em bobinas que envolvem a amostra, e em bobinas de potencial imersas no entreferro, alimentam os integradores digitais cujas saídas fornecem os sinais de H e J.

A aplicação de campos de grande intensidade leva o material a saturação magnética. Esta condição é interessante, pois podemos determinar a relação entre as parcelas de fases ferromagnéticas e a austenita retida que é não magnética. A fração de austenita retida pode ser determinada pela fórmula (3):

$$\% \gamma = 100 (1 - J_{\text{sat}} / J_{\text{sat max}}) \quad (3)$$

$J_{\text{sat max}}$ - polarização de saturação máxima do material livre de austenita

4.15. Analisador de imagens ImageJ

As medidas da distância entre bandas, tamanho de grão e fração volumétrica da chapa como recebida e amostras de dilatométrica foram feitas a partir do analisador de imagens ImageJ do Laboratório de Transformação de Fases PMT-USP.

4.15.1. Medida da distância entre as bandas

A partir de uma linha reta desenhada, conforme mostra a Figura 27, foram medidas a fração linear (L_L) [48] pelo analisador de imagens, obtendo como resultado a distância média entre as bandas de ferrita e agregados eutetóides.

Figura 27 – Microestrutura da chapa como recebida da região da borda. MEV, SE.

4.15.2. Medida de contorno de grão e fração volumétrica

O analisador permite a seleção de diferentes fases, que gera uma análise estatística das medidas como resultado. A Figura 28 mostra o delineamento dos contornos de grãos ferríticos que foram medidos. Como o software dificultou a seleção de uma região específica, foi necessário desenhar uma linha sobre os contornos de grão de ferrita. O mesmo procedimento foi feito para os agregados eutetóides presentes na matriz.

A partir das medidas das áreas de ferrita e agregados eutetóides foi possível a obtenção da fração volumétrica das fases envolvidas.

Figura 28 - Determinação de tamanho de grão e fração volumétrica via software. Delineamento do contorno de grãos ferríticos em MEV.

4.16. Análise estatística

Análises estatísticas foram realizadas para verificar a variação entre as médias obtidas. Utilizou-se a análise de variância univariada (Anova) para verificação da

igualdade das médias nas medidas de microdureza na espessura da chapa e na quantificação dos elementos químicos da chapa. Um exemplo de análise estatística pelo teste Anova pode ser acompanhado no anexo 1.

5. Resultados

5.1. Chapa como recebida

5.1.1. Análise Química por ICP-AES de diferentes regiões da chapa

A análise química por ICP-AES foi utilizada para determinar e comparar as concentrações dos elementos em diferentes regiões da chapa.

A partir dos resultados apresentados pela análise química apresentada na Tabela 5 foi feito o estudo estatístico para verificação do quão representativo foi a diferença entre as regiões analisadas.

Tabela 5 - Análise química por ICP dos elementos químicos retirados de diferentes regiões da chapa.

Elementos	Regiões		
	Borda superior da chapa (ppm)	Centro da chapa (ppm)	Borda inferior (ppm)
Nb	384±2	394±1	399±3
Ti	134±1	131±0	133±1
V	389±1	411±2	386±2
Al	343±1	370±5	336±1
	(%)		
Mn	1,42±0,02	1,56±0,02	1,28±0
Si	0,20±0,01	0,18±0,01	0,19±0

Utilizou-se a análise Anova para verificação da igualdade das médias entre as regiões, os resultados podem ser conferidos no anexo 1.

Os elementos de microliga Nb, V, Al e Mn apresentaram diferenças significativas entre as regiões. Entretanto, o Ti e o Si não apresentaram diferença significativa entre as regiões da chapa.

5.1.2. Caracterização macroscópica da chapa

A segregação central da chapa foi evidenciada macroscopicamente por uma lupa na seção longitudinal da chapa, como mostra a Figura 29. A amostra foi atacada com Nital 2%.

Figura 29 – Macrografia da secção transversal da chapa, embutida em baquelite, atacada com Nital 2%.

5.1.3. Caracterização microestrutural por microscópio óptico

Através da análise das imagens obtidas por MO verificou-se que a chapa analisada apresentou uma linha de segregação central, herdada da placa produzida por lingotamento contínuo do aço, com estrutura diferente da estrutura das bordas, como mostra a Figura 30. A Figura 30a e Figura 30d representam as regiões próximas às superfícies maiores da chapa e as Figura 30b e Figura 30c o centro da chapa. Analisando-se as três regiões nota-se uma maior concentração de agregados no centro da chapa em relação às bordas.

Figura 30. Microestrutura óptica da região central da chapa na condição como fornecida. a) Borda superior da chapa. b) centro da chapa 100X. c) centro da chapa 50X. d) borda inferior. Reagente utilizado: Nital 3%.

As microestruturas na região central da chapa como recebida possui uma maior concentração de agregados eutetóides. Sant'ana [49] utilizou o reagente químico Klemm1 para a identificação do MA, conforme mostra a Figura 31. Utilizou-se o mesmo ataque para verificar se havia concentração de MA no centro da chapa API X65. A Figura 32, mostra uma concentração de microconstituente MA no centro da chapa, identificados pelos microconstituintes de coloração branca.

Figura 31 - Micrografia de um aço API X65 atacado com reagente químico Klemm1. Concentração de MA na linha central de segregação da chapa. FONTE SANTANA [49].

Figura 32 - Detalhe da região central da chapa. Micrografia feita por MO ampliado 1000X. Atacado com reagente químico KLEMM1.

5.1.4. Caracterização microestrutural por microscópio eletrônico de varredura

A linha central de segregação apresenta bandas alternadas de ferrita e agregados eutetóides (Figura 33a). O TG de ferrita na região central da chapa medido foi de 8,8 μm e a largura média da colônia de agregados eutetóides foi igual a 109,3 μm. Os agregados eutetóides (Figura 33b) mostram-se continuamente alinhados.

Na região das bordas, os agregados eutetóides apresentam-se mais homogeneizados, com linhas bandeadas de agregados eutetóides intercaladas na matriz ferrítica (Figura 33c). O TG de ferrita na região das bordas foi igual a 10,9 μm, tendo a largura média dos agregados eutetóides diminuído para 48,8 μm.

O espaçamento entre bandas na região das bordas é de 21μm e na região central foi igual a 13μm.

Figura 33 – Microestruturas obtidas por MEV, SE. Ataque: nital 3%. a) microestrutura do aço API X65 da linha central de segregação. Ampliação 200X. b) microestrutura da região central do aço API X65. b) microestrutura da região da borda do aço API X65. Ampliação: 1000X.

No centro da chapa (a 8 mm de distância da superfície da chapa), nota-se maior concentração de agregados eutetóides, envolvidos pela elipse na Figura 34a. A maior concentração de elementos de liga na região central da chapa pode estar relacionada com a formação mais intensa desses constituintes nesta região. Analisando-se novamente a mesma foto, percebe-se que na mesma região há formações de bandas com colônias de perlita e agregados eutetóides com aparência de bainita. A observação da região detalhada sob maior aumento Figura 34b, permite constatar agregados eutetóides (possivelmente bainita), indicados pelas setas de cor branca, que coexistem com microconstituintes de morfologias diferentes; as setas de cor preta indicam uma destas fases, cujo interior apresenta bastonetes de cementita, os quais sugerem uma transformação incompleta em lamelas. Próximos a essas bandas de agregados eutetóides existem bandas de perlita grandes (seta verde na Figura 34b) acompanhados de grãos grandes de ferrita poligonal (α_p). Os carbonetos (possivelmente cementita) no interior das

perlitas grandes apresentam diferentes orientações, podendo estas serem originadas de múltiplas nucleações de perlita (Figura 35). Na Figura 36a, próximo às colônias de perlita, nota-se a presença de microconstituente MA, o qual pode ser observado sob maior aumento na Figura 36b, indicado pela seta. Note-se que ele está localizado no contorno de grão de ferrita.

Figura 34. Caracterização microestrutural da região central da chapa. a) concentração de agregados eutetóides envolvidos pela elipse. Ampliação 2500X. b) seta de cor preta indicando a formação de agregado eutetóide que tentou se transformar em perlita. Ampliação 8000X. As setas brancas são agregados eutetóides.

Figura 35. Caracterização microestrutural da região central da chapa. a) Perlita grande; b) ampliação da perlita grande detalhando a múltipla direcionalidade dos carbonetos (possivelmente cementita) presentes em seu interior.

Na região central da chapa encontrou-se perlita convencional junto com perlita degenerada (P') originadas de um mesmo grão austenítico, como mostra a Figura

37a. A Figura 37b mostra em detalhes as lamelas de cementita da estrutura perlítica; na Figura 37c, pode-se observar que a cementita na perlita degenerada forma-se de maneira descontínua, intercalando cementita com ferrita.

Figura 36 – Micrografias do centro da chapa. a) Colônias de perlita grandes. b) Microconstituente MA indicado pela seta de cor preta.

Figura 37 – Amostra da região central da chapa obtidas por FEG. a) Agregado eutetóide composto por perlita e perlita degenerada. Ampliação 15000X, SE, spot size 4. b) perlita, ampliada 30000X, SE, spot size 4. c) perlita degenerada, ampliada 30000X, SE, spot size 4.

Durante a caracterização microestrutural da chapa como recebida observou-se perlita degenerada no centro (Figura 38a) e próximo a borda da chapa (Figura 38b). Na Figura 38a, mostra que as lamelas de cementitas são formadas nas regiões próximas ao contorno de grão. No seu centro formam-se placas de característica compacta, que podem ser subprodutos de transformação. Na Figura 38b a perlita degenerada encontra-se rodeada por ferrita; a seta indica a presença de um agregado eutetóide (possivelmente bainita).

Figura 38 – Perlita degenerada MEV SE, aumento original 10kX.. a) centro da chapa. b) próximo à borda da chapa; Agregado eutetóide indicada pela seta.

5.1.5. Medidas de microdureza na espessura da chapa

As medidas de microdureza HV0,3 foram feitas em 4 seções (A, B, C e D) perpendiculares ao sentido de laminação. Em cada região foram feitas 17 endentações espaçadas de 1 mm, como mostra a Figura 39.

As medidas de microdureza obtidas na espessura da chapa podem ser verificadas no anexo 2.

Figura 39 - Desenho esquemático mostrando as regiões de endentação feitas na amostra.

Através da análise da Figura 40 verificou-se que:

- As regiões das bordas da chapa apresentaram-se com maior dureza do que a região central;
- As durezas obtidas na borda superior da chapa foram maiores do que em toda a chapa;
- As distâncias 7 e 8 mm da espessura da chapa apresentaram-se com maior dureza do que o restante das durezas obtidas na região central da chapa.

Para verificar se as médias das medidas obtidas possuem diferença significativa na espessura da chapa, foi feita análise estatística pelo método de comparação de médias (ANOVA). Constatou-se que:

- As medidas de dureza próximas às bordas possuem diferença significativa com relação as medidas obtidas no centro da chapa;
- As distâncias 7 e 8 não possuem diferença significativa com relação a região central da chapa.

Figura 40 - Gráfico da média das durezas medidas na espessura da chapa.

Objetivando verificar a influência das fases na dureza global das regiões, foram feitas endentações com carga de 5g, na região central da chapa e superfície da chapa.

5.1.5.1. Região central

Endentações foram feitas na região central da chapa como mostra a Figura 41. No interior do grão de um agregado eutetóide (Figura 41a) e no interior de grão de ferrita (Figura 41b).

As medidas de dureza foram estimadas através das diagonais da endentação, obtidas através do analisador de imagens ImageJ e calculadas pelas seguintes fórmulas:

$$O = \frac{d^2}{2 * \cos 22^\circ} [mm^2] \quad (4)$$

$$HV = \frac{P}{O} \quad (5)$$

A diagonal D1 da endentação mostrada na Figura 41a foi igual a 6,405µm e D2 6,138 µm. Utilizando a fórmula 4, obtém-se uma dureza de 235HV para este agregado eutetóide. O mesmo procedimento foi feito para a obtenção de dureza da ferrita, obtendo um valor de 175HV.

Figura 41 - Região central da chapa (8mm). a) Endentação sobre um agregado eutetóide. b) Endentação sobre um grão de ferrita.

A dificuldade encontrada em acertar as endentações sobre o microconstituente isolado, impossibilitou a realização de grande número de medidas. Foram feitas endentações em seis regiões da região central, três endentações em agregados eutetóides e três endentações em ferrita. As medidas de dureza dos microconstituintes para as diferentes regiões podem ser conferidas no anexo 3.

A dureza média obtida para a fase ferrita foi de 186 ± 12 HV e de agregados eutetóides foi de 251 ± 22 HV.

5.1.5.2. Região da superfície

A Figura 42 mostra micrografias da região da superfície da chapa. O tamanho da endentação nos agregados eutetóides presentes na superfície da chapa (Figura 42a), foi ideal para o TG dos agregados eutetóides presentes na região. Para a

ferrita, as diagonais do indentedor ultrapassaram o TG de grão de ferrita (Figura 42b).

Figura 42 – Região da borda da chapa. a) Endentação no agregado eutetóide presente na superfície da chapa. b) Endentação na fase ferrita.

Foram feitas endentações em seis regiões da região da borda da chapa, três endentações em agregados eutetóides e três endentações em ferrita. Os resultados de dureza estão mostrados na anexo 3.

A dureza média obtida para a fase ferrita foi de 206 ± 19 HV e de agregados eutetóides foi de 257 ± 8 HV.

5.2. Testes prévios para verificação da solubilização dos carbonetos de Nióbio

As medidas de microdurezas feitas na secção transversal da chapa podem ser conferidas no anexo 4.

As médias dos resultados obtidos para os diferentes tratamentos podem ser verificados na Tabela 6.

Tabela 6 – Média das durezas obtidos em diferentes tratamentos térmicos

Amostra	Tratamentos térmicos	Dureza (HV)
1	1200°C temperado em água	395 ± 11
2	1200°C temperado em água e revenido a 600°C	316 ± 9
3	950°C temperado em água	359 ± 40
4	950°C temperado em água e revenido a 600°C	253 ± 16

Analisando a Tabela 6 pode-se concluir que:

- Os tratamentos térmicos a 1200 e 950°C apresentaram 36 HV de diferença;
- A amostra 1 apresentou uma diferença de 79 HV com relação a amostra 2;
- A amostra 3 apresentou uma diferença de 106 HV com relação a amostra 4.

5.3. Tratamento de revenimento de amostras temperadas a 1200°C

O resultado gráfico dos tratamentos de envelhecimento pode ser acompanhado a partir da Figura 43.

Em todos os tratamentos térmicos de revenimento por tempo de 1 min. observou-se o amaciamento das amostras temperadas.

Em amostras tratadas a 700 °C, o pico de endurecimento é verificado no tempo de 15 min., provavelmente porque nesta temperatura a difusão dos elementos é maior favorecendo a formação de precipitados e a recuperação de discordâncias. Comparando a média de dureza apresentada em temperaturas abaixo de 700 °C, observou-se nesta temperatura a menor média de dureza, podendo provavelmente estar relacionado ao superenvelhecimento do aço.

As amostras tratadas a 500 °C e 600 °C provavelmente sofreram precipitação. A 600 °C o pico de precipitação foi observado no tempo de 60 min. e a 500 °C o pico de endurecimento foi observado em 30 min.

Figura 43 – Gráfico de dureza versus tempo obtidos em diferentes temperaturas de tratamento.

A amostra tratada a 400 °C apresentou o maior pico de endurecimento dentre os ensaios, o pico máximo de dureza foi observado no tempo de 30 min. A partir da informação mencionada anteriormente, foi feita a caracterização microestrutural da amostra tratadas a 1200 °C e temperada em água, e das amostras homogeneizadas a 1200 °C temperadas em água e revenidas a 700, 600 e 400 °C no tempo de 30 min., objetivando a caracterização da microestrutura resultante da martensita

Figura 44 – Caracterização da decomposição da Martensita por microscopia óptica atacadas com Nital 2% nos tratamentos de envelhecimento no aço em estudo. a) Homogeneização a 1200 °C e temperado em água; b) idem amostra a + revenimento a 700 °C por 30 min; c) idem amostra a + revenimento a 600 °C por 30 min; d) idem amostra a + revenimento a 400 °C por 30 min.

revenida.

A Figura 44a mostra a formação de ripas de martensita na amostra homogeneizada a 1200 °C e temperadas em água. No tratamento de envelhecimento da amostra a 700 °C nota-se que as ripas de martensita “engordaram” formando possivelmente austenita (Figura 44b). Na Figura 44c, nota-se que os contornos do antigo grão de

austenita tornam-se mais evidentes, podendo ser resultado da rejeição dos elementos de liga e formação de possíveis precipitados no contorno de grão. Na Figura 44d as ripas de martensita apresentam-se bem finas. A presença de ripas finas de martensita leva-nos a supor que o carbono rejeitado da martensita pode ter se transformado em carbonetos finos, aumentando a dureza final da amostra tratada.

5.4. Microestruturas obtidas a diferentes taxas de resfriamento

Através da análise das imagens obtidas por MEV, tanto para amostras de outras regiões (Figura 45) como para amostras do centro da chapa (Figura 46) sob condições de austenitização (1200°C), observou-se que a variação na taxa de resfriamento alterou a morfologia da microestrutura do aço, assim como, a distância entre as bandas de ferrita e perlita. Sob altas taxas de resfriamento a microestrutura do aço apresenta-se mais refinada. A fração volumétrica de ferrita diminuiu com o aumento da taxa de resfriamento.

Figura 45 - Micrografias obtidas por MEV atacada com Nital 2% de amostras de regiões periféricas da chapa, sob condições de austenitização (1200°C). Taxas de resfriamento: a) 0,5°C/s; b) 1°C/s; c) 5°C/s; d) 10°C/s; e) 20°C/s; f) 30°C/s; g) 40°C/s; h) 50°C/s e i) 60°C/s.

Figura 46 - Micrografias obtidas por MEV atacadas com Nital 2% de amostras do centro da chapa, sob condições de austenitização (1200°C). Taxas de resfriamento: a) 0,5°C/s; b) 1°C/s; c) 5°C/s; d) 10°C/s; e) 20°C/s; f) 30°C/s; g) 40°C/s; h) 50°C/s e i) 60°C/s.

As imagens obtidas por MO ao se aplicar o reagente químico Klemm 1 (Figura 47) foram utilizadas de forma a evidenciar o microconstituente MA (coloração branca) em amostras do centro da chapa. A partir da análise das micrografias observou-se que:

- Sob as taxas de 0,5 e 1 °C/s não observa-se o microconstituente MA;
- Sob taxa de 5 °C/s os microconstituintes MA apresentam-se maiores;
- Aumentando a taxa de resfriamento o microconstituente MA torna-se mais refinado;
- Sob taxas maiores que 40 °C/s nota-se o refinamento do microconstituente MA.

Figura 47 – Microestruturas obtidas por MO do centro da chapa atacadas com o reagente químico Klemm 1. O microconstituente MA é identificado pela coloração branca. a) 0,5 °C/s; b) 1 °C/s; c) 5 °C/s; d) 10 °C/s; e) 20 °C/s; f) 30 °C/s; g) 40 °C/s; h) 50 °C/s; i) 60 °C/s.

5.5. Comparação entre as regiões para as diferentes taxas de resfriamento

A microestrutura do aço para a taxa de 0,5 °C/s constituiu-se por ferrita poligonal e perlita (Figura 48). O TG medido da ferrita obtida pelas amostras (várias regiões da chapa) VR e (centro da chapa) LS foi igual a 14 µm. A fração volumétrica (V_V) de perlita foi igual a 30% para VR e 42% para LS.

Figura 48 - Taxa de resfriamento de 0,5°C/s. a) Amostra VR. b) Amostra LS.

Com o aumento da taxa de resfriamento para 1 °C/s, a microestrutura do aço microligado passou a ser constituída por ferrita poligonal e perlita. As fases encontradas na amostra VR são mostradas na Figura 49 para a taxa de resfriamento de 1 °C/s. O TG medido de ferrita para amostras VR foi de 14 μm e a V_V medida de perlita foi de 32%. A perlita nesta taxa de resfriamento apresenta lamelas finas de cementita, como mostra a Figura 49a. Na Figura 49b a seta de cor preta indica a presença de um agregado eutetóide, que parece ser perlita degenerada. A presença de perlita degenerada indica que a partir da taxa de resfriamento de 1 °C/s, a difusão de carbono não foi suficiente para formar estruturas paralelas ou quase paralelas de cementita de forma contínua.

Figura 49 - Microestruturas presentes na amostra VR para a taxa de resfriamento de 1°C/s. a) Perlita fina; b) Agregados eutetóides indicados pela seta de cor preta.

A microestrutura das amostras LS para a taxa de resfriamento de 1 °C/s foi constituída por ferrita e perlita como mostrado na Figura 50a. O TG medido de ferrita foi de 13,4 μm , um pouco menor se compararmos com o TG das amostras VR. A V_V calculada de perlita foi de 31%. A seta na Figura 50b indica a presença de agregados eutetóides na microestrutura, podendo ser perlita degenerada.

Figura 50 - Microestruturas presentes na amostra LS sob a taxa de resfriamento de 1 °C/s a) Perlita (P) envolvida por ferrita poligonal (FP); b) Agregados eutetóides indicados pela seta.

Aumentando a taxa de resfriamento para 5 °C/s, a microestrutura passou a ser constituída por ferrita poligonal e agregados eutetóides.

O TG medido de ferrita em VR foi de 12,6 μm e V_V calculada dos eutetóides aproximadamente igual a 39%. Os agregados eutetóides presentes nesta taxa apresentam diferentes morfologias como mostra a Figura 51a. Na Figura 51b, a seta de cor vermelha indica a formação de MA no contorno de grão, a presença de agregado eutetóide que pode ser bainita indicado pela seta de cor azul e perlita degenerada indicado pela seta de cor preta. A elipse de cor amarela detalha a formação de lamelas paralelas ou quase paralelas que tentaram se formar neste agregado eutetóide.

A Figura 52 mostra a microestrutura resultante de amostras LS resfriadas sob taxa de 5 °C/s. O TG medido de ferrita foi de 15,7 μm e a V_V calculada dos agregados eutetóides foi aproximadamente igual a 24%. As microestruturas resultantes compõem-se de ferrita poligonal, ferrita quase poligonal, perlita, MA e bainita. A estrutura perlítica para esta taxa apresenta lamelas de cementita características; os agregados eutetóides compactos foram visualizados próximos ao contorno de grão

da perlita. As setas indicam MA que se formaram no contorno de grão (Figura 52a). A seta indica a presença de possível bainita (Figura 52b).

Figura 51 - Amostra VR para a taxa de 5 °C/s. a) Refinamento das microestruturas. b) Agregado eutetóide. Seta de cor azul indicando bainita, seta de cor vermelha microconstituente MA, seta de cor preta perlita degenerada e a elipse a tentativa de formação de lamelas paralelas ou quase paralelas no agregado eutetóide.

Figura 52 - Amostra LS para a taxa de 5 °C/s. a) Perlita +MA no contorno de grão. Seta indica microconstituente MA. b) Perlita +Bainita. Seta indicando possivelmente bainita.

Na taxa de resfriamento de 10 °C/s, a microestrutura constitui-se de ferrita quase poligonal, ferrita poligonal, agregados eutetóides e MA. Nesta taxa de resfriamento notou-se formações de perlita degenerada, porém foi necessário a utilização de maiores aumentos no MEV para caracterizar esta microestrutura, como mostra a Figura 53. A maioria dos agregados eutetóides possui estrutura compacta. O TG medido de ferrita para amostras VR foi igual a 9,8 µm e a V_V calculada dos agregados eutetóides foi de 42%. Através da Figura 54a, percebe-se uma maior concentração do microconstituente MA para esta taxa de resfriamento, indicada pelas setas de cor preta.

Em amostras LS, o TG medido de ferrita foi aproximadamente igual a amostras VR,

Figura 53 - Microestrutura para taxa de 10°C/s – amostra VR. a) perlita degenerada, agregados eutetóides compactos e ferrita. b) perlita degenerada no detalhe.

a V_V calculada dos agregados eutetóides foi de 34%. A microestrutura foi constituída por ferrita poligonal, ferrita quase poligonal, agregados eutetóide compactos, como mostra a Figura 54b.

Figura 54 – microestrutura para taxa de resfriamento 10°C/s. a) Amostra VR. Seta indicando a presença de MA. b) Amostra LS.

Na taxa de resfriamento de 20°C/s para amostras VR nota-se que o TG medido de ferrita foi igual a 6,9 µm e a V_V dos agregados eutetóides foi aproximadamente igual a 57%. A microestrutura constituiu-se por ferrita poligonal, ferrita quase poligonal, pequena quantidade de ferrita granular e agregados eutetóides (Figura 55). O microconstituente MA pode ser encontrado juntos aos contornos de grãos.

Os mesmos microconstituintes podem ser visualizados nas amostras LS (Figura 56). O TG medido de ferrita foi igual a 8,9 µm e a V_V calculada dos agregados eutetóides foi igual a 51%.

(a)

(b)

Figura 55 - Taxa de resfriamento 20°C/s- Amostra VR. a) Aumento 2500X. b) Aumento 6500X.

(a)

(b)

Figura 56 - Taxa de resfriamento 20°C/s. Amostra LS. a) Aumento 2500X. b) Aumento 6500X.

Na taxa de resfriamento de 30°C/s, o TG calculado de ferrita da amostra VR foi igual a 6,2μm e a V_V calculada dos agregados eutetóide foi de 68%. A microestrutura foi composta de ferrita poligonal, ferrita granular e agregados eutetóides (Figura 57).

Figura 57 - Taxa de resfriamento de 30°C/s para amostra VR. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.

Para amostras LS os mesmos microconstituintes das amostra VR foram visualizados, como ilustra a Figura 58. O TG medido de ferrita foi igual a 8,3 µm e a V_V calculada dos agregados eutetóides foi igual a 58%.

Figura 58 - Taxa de resfriamento de 30°C/s para amostra LS. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.

Sob taxa de resfriamento de 40°C/s, o TG medido de ferrita de amostras VR foi igual a 8,1µm e a V_V calculada dos agregados eutetóides foi de 69%. O microconstituente MA para esta taxa de resfriamento é muito pequena. A microestrutura da amostra VR (Figura 59), constituiu-se por ferrita bainita e agregados eutetóides, o mesmo foi observado em amostras LS (Figura 60).

Em amostras LS o TG medido foi de 7,5µm e a V_V calculada dos agregados eutetóides foi de 55%.

Figura 59 - Taxa de resfriamento de 40°C/s para amostra VR. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.

Figura 60 - Taxa de resfriamento de 40°C/s para amostra LS. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.

Sob a taxa de resfriamento de 50 °C/s, a microestrutura da amostra VR (Figura 61a) constitui-se por ferrita granular e agregados eutetóides. O microconstituente MA formado na amostra LS apresenta-se mais acicular, na maior parte das vezes localizam-se no contorno de grão, como pode ser observado na Figura 62a. Quando encontrados no interior dos grãos apresenta-se com formato de plaquetas como mostra a seta na Figura 62b.

(a)

(b)

Figura 61 - Taxa de resfriamento de 50°C/s para amostra VR. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.

(a)

(b)

Figura 62 - Taxa de resfriamento de 50°C/s para amostra LS. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.

Sob taxa de 60 °C/s, a microestrutura torna-se mais acicular, e constitui-se por ferrita acicular, ferrita bainítica e agregados eutetóides (Figura 63a e Figura 64a). O microconstituente MA torna-se mais refinado, adquirindo a forma do contorno entre os grãos, como mostra a seta na Figura 63b (amostra VR) e Figura 64b (amostra LS).

Figura 63 - Taxa de resfriamento de 60°C/s para amostra VR. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.

Figura 64 - Taxa de resfriamento de 60°C/s para amostra LS. a) imagem ampliada 2500X. b) imagem ampliada 6500X.

5.6. Diagramas TRC

A Figura 65 mostra o efeito da taxa de resfriamento na cinética de transformação, para as taxas de resfriamento de 0,5, 5, 10 e 20°C/s de amostras retiradas de outras regiões da chapa.

Figura 65 – Curva Lo/L X Temperatura.

A Figura 66 representa o diagrama TRC obtido por amostras de outras regiões da chapa e a Figura 67 por amostras da região central da chapa. As temperaturas das linhas Ac3 e Ac1 da Figura 66 e Figura 67 foram determinadas a partir da etapa de aquecimento da curva Lo/L X Temperatura da Figura 65. A temperatura de início da transformação martensítica foi estimada através da equação de Andrews [23]: $Ms (^{\circ}C) = 539 - 423 * (\%C) - 30,4 * (\%Mn) - 17,7 * (\%Ni) - 12,1 * (\%Cr) - 7,5 * (\%Mo)$.

Para o aço em estudo: $Ms (^{\circ}C) = 539 - 423 * 0,095 - 30,4 * 1,49 = 453 ^{\circ}C$

Figura 66 - Diagrama de transformação por resfriamento contínuo extraído de amostras de outras regiões da chapa. α_w =ferrita acicular, α_B =ferrita granular, α_p =ferrita poligonal, α_q =ferrita quase-poligonal, P=perlita e P'=perlita degenerada.

Figura 67 - Diagrama de transformação por resfriamento contínuo extraído de amostras da região central da chapa. α_w =ferrita acicular, α_B =ferrita granular, α_p =ferrita poligonal, α_q =ferrita quase-poligonal, P=perlita e P'=perlita degenerada.

Existem diferenças entre os diagramas TRC. Na Figura 68 percebe-se que a linha AR_3 diminui com o aumento da taxa de resfriamento para ambas as regiões. A linha AR_3 de amostras retiradas da região central da chapa (LS), entre as taxas de resfriamento de 20 °C/s até 45 °C/s apresenta-se maior do que das amostras retiradas de outras regiões (VR).

A microdureza HV0,3 aumentou conforme se elevou a taxa de resfriamento, como mostra a Figura 69. Apresentando diferença significativa de microdureza HV0,3 para a taxa de resfriamento de 20 °C/s.

Figura 68 - Efeito da taxa de resfriamento na linha AR_3 .

Figura 69 – Alteração da dureza em função da taxa de resfriamento.

5.7. Ensaios de saturação magnética

A partir dos ensaios de saturação magnética efetuados em amostras de dilatométrica submetidos a diferentes taxas de resfriamento, observou-se que:

- Na medida em aumenta-se a taxa de resfriamento a intensidade de J diminui, como pode ser visto na Figura 70;
- A porcentagem de austenita retida aumenta até a taxa de 30°C/s (Figura 71), diminui em 40 °C/s e volta a diminuir em 50 e 60 °C/s;

Figura 70 – Gráfico de J versus taxa de resfriamento (1 a 60°C/s).

Figura 71 – Gráfico de % de austenita retida versus taxa de resfriamento.

5.8. Medidas de Tamanho de Grão e Fração Volumétrica

O tamanho de grão obtido de amostras de diferentes regiões da chapa pode ser vistas na Figura 72. O tamanho de grão de ferrita diminui com o aumento da taxa de resfriamento, enquanto que o tamanho de grão de agregado eutetóides permanece com o mesmo tamanho. Nas amostras do centro da chapa (Figura 73), o tamanho de grão de ferrita e agregado eutetóides diminuem com o aumento da taxa de resfriamento.

Figura 72 – Tamanho de grão versus taxa de resfriamento. Amostras de diferentes regiões da chapa.

Figura 73 – Tamanho de grão versus taxa de resfriamento. Amostra do centro da chapa.

Em amostras de diferentes regiões da chapa (Figura 74), a fração volumétrica de ferrita diminui com o aumento da taxa de resfriamento, enquanto que a fração volumétrica de agregados eutetóides aumenta. Resultado parecido foi obtido para as amostras do centro da chapa, como mostra a Figura 75.

Figura 74 – Influência da taxa de resfriamento na fração volumétrica (VV) em amostras de diferentes regiões da chapa.

Figura 75 – Influência da taxa de resfriamento na fração volumétrica (VV) em amostras do centro da chapa.

Em taxas maiores que 40 °C/s a microestrutura tornou-se acicular e complexa, dificultando as medidas de fração volumétrica e tamanho de grão.

6. Discussão dos resultados

6.1. Amostra como recebida

6.1.1. Microestrutura

A amostra como recebida apresenta microconstituintes como ferrita poligonal, perlita, perlita degenerada, agregados eutetóides e microconstituente MA, orientados na direção de laminação, que também foram observados para as taxas de resfriamento de 5 e 10 °C/s. A medida de microdureza HV0,3 nas amostras ensaiadas nestas taxas de resfriamento (204 ± 14 HV) apresentaram dureza parecida com a dureza da chapa como recebida (205 ± 9 HV), indicando que a velocidade de resfriamento da chapa quando produzida fica nessa faixa.

A perlita formada na chapa como recebida apresenta múltiplos pontos de nucleação, resultado análogo ao observado por Wang [50], onde ele propõe possíveis mecanismos de formação de perlita. Ele observou carbonetos no contorno de grão ferrítico, em aço microligado para tubo X52 (Figura 76a); microestrutura semelhante foi observada no aço em estudo na condição como recebida (Figura 76b). Esta característica da microestrutura corresponderia a uma reação eutetóide divorciada ($\gamma \rightarrow \alpha + \text{Fe}_3\text{C}$). A formação de carboneto no contorno de grão poderia em princípio modificar as propriedades mecânicas, podendo reduzir a resistência ao impacto e tenacidade a fratura.

Figura 76 – Carbonetos descontínuos no contorno de grão. a) aço microligado para tubo X52 [50]. b) aço em estudo.

No centro da chapa observou-se ferrita poligonal, agregados eutetóides (possivelmente bainita) e perlita. Nos ensaios dilatométricos verificou-se ferrita poligonal e perlita sob taxas de 0,5 a 1 °C/s, enquanto que perlita degenerada surgiu sob taxas de 1 a 10 °C/s. Agregados eutetóides (possivelmente bainita) foram observados sob taxas superiores a 5°C/s [51]. A presença de bainita no centro da chapa pode estar relacionada a maior concentração de Mn no centro da chapa, detectada por análise química (ICP-AES). Santana [49] em um aço microligado para tubo API 5L-X65 mediu a concentração de Mn, Si, P e Cr por microanálise EDX nas bandas claras, escuras e na linha central de segregação; os elementos Mn e Si tiveram diferenças significativas entre as regiões, encontrando uma maior concentração no centro da chapa, conforme mostra a Tabela 7. No aço em estudo não foi analisado as diferenças de elementos de liga entre as bandas claras e escuras, mas sim de três regiões da chapa (borda superior da chapa, centro e borda inferior) realizada por uma técnica de análise quantitativa (ICP-AES). O resultado foi ligeiramente diferente: verificou-se por ICP-AES que os elementos V, Al e Mn apresentaram diferenças significativas entre as regiões, tendo uma maior concentração química no centro da chapa, como foi mostrado na Tabela 5. O Ti e o Si não apresentaram diferenças significativas entre as regiões. O Nb apresentou uma maior concentração na borda inferior da chapa. Todas estas conclusões foram confirmadas por análise estatística usando Anova (Anexo1). Segundo Bhadeshia [13], a ferrita se forma primeiro nas regiões pobres em Mn, com isso, o carbono rejeitado se difunde para a austenita, que é “rica” em Mn, originando regiões de alta temperabilidade. Isso pode levar à formação de microconstituintes de alta dureza, como pode ser observado na Figura 34.

Tabela 7 – Composição química obtida por EDX para aço microligado para tubo API 5L-X65 [49].

elemento	banda clara (% peso)	banda escura (% peso)	segregação central (% peso)
Mn	1,72	1,57	2,21
Si	0,27	0,30	0,40
P	0,10	0,10	0,14
Cr	0,10	0,10	0,11

6.1.2. Perfil de dureza da chapa

A região da face superior da chapa, região em contato com o ar, apresentou maior dureza (222 HV) uma vez que a taxa de resfriamento nesta região é maior do que o restante da chapa. O aumento da dureza pode ser resultado das mudanças na morfologia dos microconstituintes, como refinamento da matriz de ferrita alongados na direção de laminação. De forma análoga González [52] constatou maior dureza na superfície da borda superior da chapa grossa de aço microligado para tubos API 5L X80; a sua análise microestrutural revelou a presença de maior grau de refino nas regiões superficiais da chapa em relação em seu núcleo, provavelmente resultado de uma maior taxa de resfriamento. Através de medidas de microdureza HV0,005 de um único microconstituente (agregado eutetóide ou ferrita), notou-se que microconstituintes da borda são mais duros que os do centro da chapa. A ferrita da borda (207 ± 19 HV) apresentou maior dureza do que a ferrita presente no centro da chapa (186 ± 12 HV). A diferença de microdurezas encontrada entre ferrita de diferentes regiões da chapa pode ser resultado da influencia de diversos fatores como: taxas de resfriamento diferentes, densidade de discordâncias e morfologia dos microconstituintes, precipitação de carbonetos e carbonitretos finos; possivelmente a taxa de resfriamento foi rápida o suficiente na superfície da chapa, mantendo parte do carbono em solução sólida na ferrita.

Na região central da chapa observou-se dureza média de aproximadamente 200HV, resultado da menor taxa de resfriamento reinante nesta região, condição que leva a maiores tempos de transformação da austenita.

Na região da superfície inferior, face em contato com a mesa de rolos, a taxa de resfriamento é menor do que a da superfície superior, originando microconstituintes com dureza intermediária.

6.1.3. Distância entre bandas

A distância entre bandas de ferrita e agregados eutetóides muda ao longo da espessura da chapa. Na região central a distância entre bandas é menor do que na região das bordas da chapa, conforme é mostrado na Figura 33. A variação da distância entre bandas entre o centro e a superfície pode estar relacionada tanto a diferenças das distâncias entre braços de dendritas na estrutura bruta de solidificação como a diferentes níveis de deformação plástica durante a laminação. Krauss, G. [12] mostrou em seu trabalho que o espaçamento dos braços secundários está relacionado com muitos fatores: tamanho da zona coquilhada em relação a superfície e taxa de resfriamento. Quanto menor o tamanho da zona coquilhada em relação à superfície menor o espaçamento dos braços dendríticos secundários como mostra a Figura 77. O aumento da taxa de resfriamento diminui o espaçamento dos braços dendríticos secundários como mostra a Figura 78.

Figura 77 – Espaçamento dos braços dendríticos secundários em relação ao tamanho da zona coquilhada [12].

Figura 78 – Influência da taxa de resfriamento no espaçamento dos braços dendríticos secundários para aços comerciais contendo 0,1 a 0,9 % C em peso [12].

Por sua vez, as diferenças nas distâncias entre braços de dendritas podem ter relação com as diferenças de composição ou com diferenças nas taxas de resfriamento das regiões da borda e do centro da chapa. A taxa de resfriamento na região das bordas é maior do que no centro da chapa. Na região das bordas, elementos intersticiais como o carbono, não conseguem se difundir a longas distâncias, por isso a distância entre as bandas na região das bordas é maior do que no centro da chapa.

6.2. Testes prévios para verificação da solubilização dos carbonetos de nióbio

Os testes prévios para verificação da solubilização dos carbonetos de Nb foram realizados em tratamentos de austenitização a 1200 e 950 °C, seguidos de ensaios de envelhecimento.

A diferença de dureza de 79 HV entre as amostras 1 e 2, e 106 HV entre as amostras 3 e 4 apresentadas na Tabela 6, indicam que no primeiro caso houve uma maior homogeneização dos carbonetos de Nb, Ti e V na austenita, ou seja, ocorre um maior endurecimento por segunda fase (precipitação), nas amostras 1 e 2, após os tratamentos de envelhecimento a 600°C.

A análise microestrutural das amostras tratadas a 1200 °C (Figura 44a) indica um relativo crescimento de grão austenítico, demonstrando que o fenômeno de ancoramento promovido pelos precipitados finos não estão surtindo efeito na

cinética de crescimento dos grãos nesta temperatura ou os precipitados já foram solubilizados na matriz.

6.3. Ensaaios de envelhecimento

Nos ensaios de envelhecimento em altas temperaturas, o pico de microdureza HV0,3 foi observado em tempos menores de tratamento, fato que condiz com textos obtidos na literatura [53, 54]. Um dos principais fatores da rápida precipitação é a alta difusão dos elementos de liga, que favorece a formação de precipitados grosseiros.

O tratamento de envelhecimento à 400 °C correspondeu à maior dureza dentre as temperaturas de tratamentos ensaiados, possivelmente devido a esta temperatura os precipitados formados apresentarem-se refinados.

Na temperatura de envelhecimento à 700 °C, obteve o menor endurecimento dentre os tratamentos, nesta temperatura a difusão é facilitada e o carbono se difunde para maiores distâncias. A caracterização microestrutural por MO revela o “engrossamento” das ripas de martensita e possível formação de cristais de austenita no interior das ripas de martensita (Figura 44). O diagrama de fases do aço em estudo foi calculado através do software Thermocalc, conforme mostra a Figura 79. A região entre as linhas 4 (linha de equilíbrio de γ) e 2 (linha de equilíbrio de α), representa o campo intercrítico, sendo de 684 °C a temperatura eutetóide, indicando que a fase recristalizada no centro das ripas de martensita pode ser austenita.

Figura 79 – Simulação através do software Thermocalc do aço em estudo. 1 Linha liquidus; 2 ferrita; 3 austenita + carbonetos; 4 austenita; 5 TiC; 6 FeS; 7 cementita.

6.4. Efeito da taxa de resfriamento:

- na temperatura de início de transformação

A linha AR_3 varia de acordo com a taxa de resfriamento utilizada. À medida em que se aumenta a taxa de resfriamento, a linha AR_3 diminui, independente da região onde foi retirada a amostra, como observado na Figura 68. A diminuição da linha AR_3 na medida em que aumentamos a taxa de resfriamento também foi observada nos diagramas TRC obtidos por ZHAO [33], MANOHAR [32] e KRAUSS [35]. MANOHAR [32] sugere a influência de dois fatores para a diminuição da linha AR_3 com o aumento da taxa de resfriamento: a) com o aumento do super-resfriamento ($\Delta T = AC_3 - AR_3$) aumenta a taxa de nucleação; b) menores temperaturas de transformação promovem nucleação intragranular e intergranular. Outra possibilidade é que o aumento da taxa de resfriamento diminui a quantidade de

ferrita pró-eutetóide formada durante a transformação e conseqüentemente a temperatura de transformação é reduzida.

A linha AR₃ de corpos de prova do centro da chapa submetidas a diferentes taxas de resfriamento apresentou-se deslocada para cima em relação a linha AR₃ de amostras retiradas de outras regiões da chapa. Uma possível explicação para esta diferença seria a presença de uma maior quantidade de precipitados finos, formados a medida que se inicia o resfriamento, servindo como núcleos de recristalização de austenita.

- **na microestrutura**

Na taxa de resfriamento de 0,5 °C/s e 1 °C/s a microestrutura característica da região central da chapa e de várias regiões baseiam-se em matriz ferrítica com uma pequena quantidade de agregados eutetóides e perlita. Nestas duas taxas de resfriamento, o alto tempo de transformação possibilita a nucleação e crescimento de perlita. Encontrou-se perlita grosseira para a taxa de 0,5 °C/s e perlita fina para a taxa de 1 °C/s.

A partir da taxa de 5°C/s a microestrutura começa a se modificar. O aumento da cinética de transformação para esta taxa de resfriamento promove a rápida passagem pelo campo perlítico, favorecendo a formação de microconstituintes de características compactas (não lamelares), como mostra a Figura 51 e Figura 52. Na Figura 51 agregados eutetóides com lamelas descontínuas podem ser vistos. Os agregados eutetóides com característica compacta encontrados junto às estruturas perlíticas foram resultado da última transformação nesta taxa de resfriamento, resultado de um maior superresfriamento do que a verificada para a perlita. Os microconstituintes MA para esta taxa de resfriamento apresentaram-se maiores em comparação com as outras taxas de resfriamento, como pode ser visualizado na Figura 52 e Figura 47 obtida de amostras do centro da chapa. A possível explicação para este fato é que durante a transformação de ferrita, o carbono se difunde para a austenita (enriquecida de elementos de liga), atrasando a cinética de decomposição da austenita.

Sob a taxa de resfriamento de 10 °C/s perlita degenerada foi encontrada e observada utilizando grandes ampliações; em taxas maiores que 10 °C/s não foi observado perlita e/ou perlita degenerada, indicando que esta taxa seria o provável

fim do campo perlítico. MANOHAR [32] delimitou o campo perlítico em taxas de resfriamento menores que 1 °C/s. ZHAO [33] e HAO [34] delimitaram o campo perlítico para a taxa de resfriamento de 1 °C/s.

Para as taxas de resfriamento de 20 a 40 °C/s, a morfologia das microestruturas presentes foi se tornando acicular, enquanto que, a fração volumétrica dos agregados eutetóide superou a fração volumétrica da ferrita. A diminuição da difusão de carbono e o crescente aumento na cinética de transformação originam para estas taxas de resfriamento, microestruturas que nucleiam e crescem rapidamente, adquirindo geometrias aciculares. A austenita enriquecida em carbono transforma-se em bainita fina. ZHAO [33] encontrou ferrita acicular e ferrita bainítica para estas taxas de resfriamento.

Sob as taxas de resfriamento de 50 e 60 °C/s, a microestrutura apresenta ferrita acicular, ferrita bainítica e microconstituente MA refinado adquirindo a forma do contorno de grão. A taxa de 60 °C/s não foi suficiente para determinar a temperatura M_s do aço em estudo. Taxas maiores que 60 °C/s não foram possíveis de serem obtidas pelo dilatômetro, a curva de dilatação versus temperatura apresentava muito ruído, impossibilitando a definição da temperatura de transformação.

- **na dureza**

A dureza aumenta com o aumento da taxa de resfriamento porque a morfologia dos microconstituintes torna-se gradualmente acicular, a fração volumétrica de agregados eutetóides aumenta.

A dureza nas amostras extraídas do centro apresenta-se maior do que as amostras de diferentes regiões da chapa. A diferença de dureza encontrada está relacionada com a diferença de concentração na composição química entre o centro em relação às bordas da chapa. Na caracterização da chapa como recebida, apesar da dureza medida ser menor do que a borda superior, a microdureza de microconstituintes isolados presentes no centro é maior do que dos mesmos microconstituintes presentes na borda.

- **na formação do microconstituente MA**

A % de austenita retida aumenta com a elevação da taxa de resfriamento de acordo com os resultados obtidos nos ensaios de saturação magnética. Ao se aumentar a taxa de resfriamento, ocorre a diminuição da difusão do carbono, originando microestruturas como bainita e/ou ferrita acicular, e o carbono rejeitado da transformação se difunde para a austenita, que acaba retida sob temperatura ambiente.

As micrografias obtidas por MO atacadas com o reagente químico Klemm 1 mostraram que o microconstituente MA pode ser detectado por esta técnica. Na medida em que a taxa de resfriamento aumenta o microconstituente MA torna-se mais refinado. Sob taxas de resfriamento acima de 40 °C/s o microconstituente MA é encontrado na maior parte das vezes no contorno de grão, adquirindo a morfologia do contorno de grão. Ensaio de saturação magnética foram feitos em amostras de diferentes regiões da chapa submetidos a diferentes taxas de resfriamento. Comparando os resultados de saturação magnética das amostras de dilatométrica do centro (Figura 70) com as amostras de diferentes regiões da chapa (Figura 80), verifica-se que os resultados obtidos de amostras de diferentes regiões da chapa apresentam flutuações na intensidade de J à medida que se varia a taxa de resfriamento. A variação nos resultados de saturação magnética podem ter sido influenciada pelo fato deste lote de amostras terem sido retirados aleatoriamente de diferentes regiões da chapa, sem distinção do centro da chapa e da borda. A heterogeneidade presente na chapa também pode ser um fator determinante para a oscilação encontrada nos resultados.

Figura 80 – Gráfico Intensidade de J versus taxa de resfriamento obtida de amostras de diferentes regiões da chapa.

González [55] obteve MA em forma de placas, numa amostra de aço microligado para tubo API 5L-X80, sob taxa de 7 $^{\circ}\text{C/s}$ até 20 $^{\circ}\text{C/s}$. Microestrutura semelhante foi observada no aço em estudo, porém sob taxas mais altas de resfriamento (60 $^{\circ}\text{C/s}$ - Figura 62b).

7. Conclusão

7.1. Aço como recebido

- Análise química por ICP-AES mostraram maiores concentrações no centro da chapa do que na borda alguns elementos de liga como: V, Al e Mn; os teores de Ti e Si não apresentaram diferenças significativa entre as regiões; o Nb encontrou-se com maior teor na borda inferior da chapa;
- O reagente químico Klemm 1 revelou que no centro da chapa existe uma maior concentração de microconstituente MA;
- O bandejamento da microestrutura é mais pronunciado no centro da chapa;
- Colônias de agregados eutetóides são observados no centro da chapa, na região das bordas os agregados eutetóides apresentam-se distribuídos regularmente na matriz de ferrita;
- As medidas de microdureza HV0,3 da borda superior da chapa (222 HV) são maiores do que no restante da chapa;
- A medida de microdureza HV0,005 de microconstituintes isolados no centro da chapa é menor que a microdureza HV0,005 dos mesmos microconstituintes presentes na borda.

7.2. Tratamento de envelhecimento

Para as amostras solubilizadas a 1200 °C e temperadas em água:

- Na temperatura de envelhecimento à 700 °C o pico de endurecimento é verificado em menores tempos de tratamento;
- O tratamento de envelhecimento à 400 °C durante 30 min. apresentou o maior pico de dureza dentre os tratamentos (363 HV);
- Todos os tratamentos térmicos apresentaram superenvelhecimento após atingirem o pico máximo de dureza.

7.3. Diagrama TRC e caracterização microestrutural

- O aumento da taxa de resfriamento no aço para tubo API 5L-X65, proporciona: diminuição da linha AR_3 , aumento da fração volumétrica de agregados eutetóides em relação à fração de ferrita, aumento de dureza das fases presentes no aço, a microestrutura torna-se acicular e a porcentagem de microconstituente MA aumenta.

7.4. Ensaio de saturação magnética para determinação da concentração do microconstituente MA

- Aumentando a taxa de resfriamento a intensidade de J diminui enquanto que a porcentagem de microconstituente MA aumenta;
- Aumentando a taxa de resfriamento o microconstituente MA torna-se refinado e quando localizado no contorno de grão torna a forma do mesmo;

8. Sugestões para trabalhos futuros

- Utilização de microscópio eletrônico de transmissão para a caracterização dos microconstituintes presentes no aço.
- Utilização de maiores taxas de resfriamento, objetivando a determinação do início da transformação martensítica.
- Ensaios de tração e impacto (Charpy) em amostras como recebida e austenitizadas e resfriadas em diferentes taxas de resfriamento. Análise das fractografias obtidas para relacioná-las às microestruturas correspondentes.

9. Bibliografia

- 1 API (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE). Specification for Pipe Line, API Specification 5L. Forty second edition. July 2000;
- 2 SAMPATH, K. An understanding of HSLA-65 plate steels. Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 15, p. 32-40, February 2006;
- 3 SICILIANO, F. Materiais para gasodutos aços de alta resistência para dutos de transporte de gás e petróleo – Tendências atuais. Metalurgia e Materiais, vol. 64, p. 208-211, maio de 2008;
- 4 HILLENBRAND, H. G.; GRAF, M.; KALWA, C. Development and production of high strength pipeline steels. In: Niobium 2001, dec. 02-05, Proceedings Orlando: Florida, 2001;
- 5 GORNI, A. A.; SILVEIRA, J. H. D.; REIS, J. S. S. Estudo avalia o desenvolvimento de chapas de aço com grão ultrafino. Revista Corte e Conformação de materiais, Julho de 2007;
- 6 CALDEIRA, E. A.; LOURENÇO, P. T.; COSTA, R. O.; BELLON, J. C.; CARVALHO, R. D.; CETLIN, P. R. Desenvolvimento de aços atendendo a norma API 5L, no laminador de tiras a quente da companhia Siderúrgica de tubarão (CST). 60º Congresso Anual da ABM – Internacional, Belo Horizonte, 25 a 28 de Julho de 2005;
- 7 GALLEGOS, J.; KESTENBACH H. Interação entre os mecanismos de endurecimento nos aços microligados. XVI CBECIMAT, Porto Alegre – RS, novembro de 2006;
- 8 KASPAR, R., et al. Gefuegezeitigkeit in warmbreitband aus mikrolegiertem baustahl. Archive fuer das Eisenhuettenwesen, Juli 1983, 273-6.
- 9 DE FERRI METALLOGRAFIA-VOL. 2. Metallographic Atlas of Iron, Steels and Cast Irons III; Paris: Berger-Levrault, Nancy, Paris, 1967;
- 10 PORTER, A. D.; EASTERLING, K. E. Phase transformations in metals and alloys. EPUSP, 1981;
- 11 RATNAPULI R. C. Considerações Metalúrgicas de Fabricação de Aços para Tubos API 5L. Palestra proferida no 62º Congresso Anual da ABM. Vitoria. Julho. 2007;
- 12 KRAUSS, G. Solidification, segregation, and banding in carbon and alloy steel. Metallurgical and materials transactions B, vol. 34 B, December 2003;
- 13 BHADRESHIA, H. K. D. H. Alternatives to the Ferrite-Perlite Microstructures. Materials Science Forum, Vols. 284-286, p. 39-50, 1998;

-
- 14 IRVING, W. R.; PERKINS, A.; BROOKS, G. Effect of chemical, operational, and engineering factors on segregation in continuously cast slabs. *Ironmaking and Steelmaking*, Vol. 11, N°3, p. 152-162, 1984;
- 15 AKHLAGHI, S., et al., "Precipitation behaviour of a grade 100 structural steel", *Canadian Metallurgical Quarterly*, vol. 41, pp 111-119, Canadá, 2002;
- 16 KOZASU, I. Processing – Thermomechanical Controlled Processing. In: *Materials Science and Technology – A Comprehensive Treatment: Constitution and Properties of Steels*, vol. 7, p.186-217, VCH, Weinheim, 1992;
- 17 ARAÚJO, C. S.; SAMPAIO, M. A. C. A. Engenharia de microestrutura de aços para tubos de grande diâmetro. *Metalurgia e Materiais*, vol. 64, p. 212-214, maio de 2008;
- 18 GORNI, A. A., SILVEIRA, J. H. Resfriamento acelerado de chapas grossas: O futuro chegou. *Caderno técnico da revista Metalurgia e Materiais*, 65:564, p. 103-105, março de 2006;
- 19 MCCLINTOCK, F. A.; ARGON, A. S. *Mechanical behavior of materials*. Ed. Addison-Wesley, 1966;
- 20 SAGE, A. M. *Physical Metallurgy of High-Strength, Low-Alloy Line-Pipe and Pipe-Fitting Steels*. The Metals Society, Vol. 10, p. 224-233, June 1983. London;
- 21 DEPIZZOL, et al., "Desenvolvimento de aços alternativos da série API, alta resistência, para aplicação em tubos de grande diâmetro", 49° Congresso Anual da ABM, vol. 8, p 1-12, São Paulo, 1994;
- 22 HULKA, K.; HEISTERKAMP, F. Weldability consideration in the development of structural steels. In: *Third International Conference on HSLA steels. Proceedings. The Chinese Society for Metals*, p. 543-551, Beijing, Oct. 1995;
- 23 HONEYCOMBE, R. W. K. *Aços Microestrutura e propriedades*. Fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, 1982;
- 24 CBMM. A guide for understanding e specifying chemical composition of high strength linepipe steels. Technical Report;
- 25 IMLAU, K. P.; HELLERT, T. New steel solution for the worldwide car industry. *Steel Research International*, 78:3, p. 180-184, March 2007;
- 26 LAGNEBORG, R.; SIWECKI, T.; SAJAC, S.; HUTCHINSON, B. The role of vanadium in microalloyed steels. *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 28:5, p. 186-241, Oct. 1989;
- 27 KORCHYNSKY, M. Use of vanadium in flat products (plate and strip). In: *The use of vanadium in steel. Proceedings. Vanitec*, p. 42-47, Guilin, Nov. 2000;

28 WAINER, E.; BRANDI, S. D.; MELLO, F. D. H. Soldagem processos e metalurgia. Ed. Edgard Blücher LTDA, São Paulo, 1992;

29 FORTINI, J.; BRANDÃO, L.; MEIRELES, A. M. Caracterização mecânica e microestrutural da região curvada por indução de tubo de aço API 5L X65. 63º Congresso Anual da ABM, Santos-SP, Brasil, 28 de julho a 1º de agosto de 2008;

30 Indústria de petróleo e gás natural – Curvas por indução para sistema de transporte de dutos. ABNT NBR 15273:2005. Associação Brasileira de Normas Técnicas. 2005;

31 ANDRÉS, C. G.; CABALLERO, F. G.; CAPDEVILA, C.; ÁLVAREZ, L. F. Application of dilatometric analysis to the study of solid-solid phase transformation in steels. *Materials Characterization* 48, p. 101-111, 2002;

32 MANOHAR, P. A.; CHANDRA, T.; KILLMORE, C. R. Continuous cooling transformation behavior of microalloyed steels containing Ti, Nb, Mn and Mo. *ISIJ International*, vol. 36 nº12, p. 1486-1493, 1996;

33 ZHAO, M.; YANG, K.; XIAO, F.; SHAN, Y. Continuous cooling transformation of undeformed and deformed low carbon pipeline steels. *Materials Science and Engineering A355*, p. 126-136, 2003;

34 HAO, L.; DINGZHONG, Z.; YANTANG, C.; QINGYOU, L. Investigation on continuous cooling transformation behavior of high strength cold rolled steel containing Nb e Ti.

35 KRAUSS, G.; THOMPSON, W. Ferritic microstructures in continuously cooled low- and ultralow- carbon steels. *ISIJ International*, vol. 35, nº 8, p. 937-945, 1995;

36 ZHANG, Y. Q.; ZHANG, H. Q.; LIU, W. M.; HOU, H.. Effects on Nb on microstructure and continuous cooling transformation of coarse grain heat-affected zone in 610MPa class high-strength low-alloy structural steels. *Materials Science and Engineering A*, 2008;

37 SHANMUGAM, S.; RAMISETTI, N. K.; MISRA, R. D. K.; MANNERING, T.; PANDA, D.; JANSTO, S. Effect of cooling rate on the microstructure and mechanical properties of Nb-microalloyed steels. *Materials Science and Engineering A* 460-461, p. 335-343, 2007;

38 PARK, G. T.; KOH, S. U.; JUNG, H. G.; KIM, K. Y.. Effect of microstructure on the hydrogen trapping efficiency and hydrogen induced cracking of linepipe steel. *Corrosion Science*, v. 50, p. 1865-1871, 2008;

39 ZAJAC, S.; SCHWINN, V.; TACKE, K. H. Characterization and quantification of complex bainitic microstructures in high and ultra-high strength linepipe steels. *Materials Science*, v. 500-501, p. 387-394, 2005;

40 SHANMUGAM, S.; MISRA, R. D. K.; MANNERING, T.; PANDA, D.; JANSTO, S. G.. Impact toughness and microstructure relationship in niobium- and vanadium-

microalloyed steels processed with varied cooling rates to similar yield strength. *Materials Science and Engineering A* 437, p. 436-445, 2006;

41 FURUHARA, T.; MORITANI, T.; SAKAMOTO, K.; MAKI, T. Substructure and crystallography of degenerate pearlite in an Fe-C binary alloy. *Materials Science Forum*, v. 539-543, p. 4832-4837, Switzerland, 2007;

42 ASM Metals Handbook Vol. 9 – Metallography and Microstruct;

43 BERAHA, E.; SHPIGLER, B.; *Color Metallography*. American Society for Metals. Ohio, 1977;

44 BATISTA, G. Z.; SOUZA, L. F. G.; BOTT, I. S.; RIOS, P. R. Evolução microestrutural de tubo de aço API 5L X80 submetido a curvamento com aquecimento por indução. 61º Congresso Anual da ABM, Rio de Janeiro RJ, 24 a 27 de julho de 2006;

45 SPEICH, G. R.; SCOONOVER, T. M. Continuous cooling transformation behavior and strength of HSLA-80 (A710) steel plates. *The International Symposium on Processing, Microstructures and Properties of HSLA Steels Proceeding*, 1987;

46 FERRER, M. H. Estudo das transformações de fase de aços TRIP ao Si-Mn microligados com Nb. 2003. 195p. Tese (doutorado) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003;

47 MARTIN, R. V.; LANDGRAF, F. J. G.; GOLDENSTEIN, H.; RAMIREZ, M. G.; RODRIGUES, A. C. P.; GORNI, A. A. Caracterização magnética do aço X80 para gasoduto. *Rio Pipeline Conference & Exposition 2007*, Rio de Janeiro - RJ, realizado de 2 a 4 de outubro de 2007;

48 RIOS, P. R.; PADILHA, A. F. *Transformações de fase*. Ed. Artliber, São Paulo, 2007;

49 SANTANA, P. C. Influência de tratamentos térmicos intercríticos na microestrutura e propriedades mecânicas do aço API 5L X65. 147p. Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006;

50 WANG, J. Q.; ATRENS, A.; COUSENS, D. R.; KINAEV, N. Microstructure of X52 and X65 pipeline steels. *Journal of Materials Science* 34, p. 1721-1728, 1999;

51 OGATA, P. H., RAMÍREZ, M. G., GOLDENSTEIN, H., GORNI, A. A., LANDGRAF, F. J. G. Caracterização microestrutural de aço API 5L X65, austenitizado e resfriado a diferentes taxas de resfriamento. 18º Cbecimat, Porto de Galinhas- PE, 24 a 28 de novembro de 2008;

52 GONZÁLEZ, M. R., GORNI, A. A.; LANDGRAF, F.; OGATA, P. H.; GOLDENSTEIN, H. Caracterização microestrutural de um aço API 5L-X80 através de microdureza e microscopia óptica e eletrônica. 62º Congresso Anual da ABM-Internacional, Vitória-ES, Brasil, 23 a 27 de julho de 2007;

53 BROPHY, J. H.; ROSE, R. M.; WULLF, F. Ciência dos materiais 2. Propriedades termodinâmicas. Centro regional de Ayuda Tecnica, México 1968.

54 GORNI, A. A.; CAVALCANTI, C. G.; CHIVITES, B. D.; RATNAPULI, R. C.; MEI, P. R. Transformação da austenita em aços HSLA-80 e ULCB. 55° Congresso da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Rio de Janeiro RJ, 24 a 28 de julho de 2000.

55 GONZÁLEZ, M. R. 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 – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008;

ANEXO 1 – Verificação estatística da análise química obtida de diferentes regiões da chapa

- Verificação das médias do Nb. Grau de liberdade adotado: $\alpha=5\%$.

Hipótese inicial: a média entre as regiões são iguais;

Hipótese alternativa: existe diferença entre as regiões.

	Borda superior (ppm)	Centro da chapa (ppm)	Borda inferior (ppm)
	386,41	394,69	401,55
	383,41	392,72	397,19
Média ($\bar{x}_i$)	384,91	393,71	399,37
Média Total ($\bar{x}_{..}$)	392,662		

$$SQE = \sum_{i=1}^k ni(\bar{x}_i - \bar{x}_{..})^2$$

$$SQD = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{ni} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$$

Fórmulas: $QME = \frac{SQE}{k-1}$

$$QMD = \frac{SQD}{n-k}$$

$$F = \frac{QME}{QMD}$$

Fonte de Variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio	Razão F
Entre tratamentos	k-1=3	SQE=212,357	QME=106,178	F=19,977
Dentro do tratamento	n-k=3	SQD=15,945	QMD=5,315	
Total	n-1=5	SQT=228,302		

$$RR=\{F>F_{5\%,2,3}\}=\{F>9,554*\}$$

O valor de F apresenta-se dentro da faixa obtida na tabela de distribuição de Fisher-Snedecor para $\alpha=5\%$, ou seja, se aceita a hipótese alternativa (As médias entre as regiões são diferentes).

- Verificação das médias do Ti. Grau de liberdade adotado: $\alpha=5\%$.

Hipótese inicial: a média entre as regiões são iguais;

Hipótese alternativa: existe diferença entre as regiões.

	Borda superior (ppm)	Centro da chapa (ppm)	Borda inferior (ppm)
	135,02	131,53	134,03
	133,78	131,41	132,25
Média ($\bar{x}_i$)	134,4	131,47	133,14
Média Total ($\bar{x}_{..}$)	133		

Fonte de Variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio	Razão F
Entre tratamentos	k-1=3	SQE=8,641	QME=4,32	F=4,954
Dentro do tratamento	n-k=3	SQD=2,616	QMD=0,872	
Total	n-1=5	SQT=11,257		

$$RR=\{F>F_{5\%,2,3}\}=\{F>9,554^*\}$$

O valor de F apresenta-se fora da faixa obtida na tabela de distribuição de Fisher-Snedecor para $\alpha=5\%$, ou seja, se aceita a hipótese inicial (não existe diferença entre as médias para as diferentes regiões).

- Verificação das médias do V. Grau de liberdade adotado: $\alpha=5\%$.

Hipótese inicial: a média entre as regiões são iguais;

Hipótese alternativa: existe diferença entre as regiões.

	Borda superior (ppm)	Centro da chapa (ppm)	Borda inferior (ppm)
	388,48	408,92	387,18
	389,80	412,40	384,51
Média ($\bar{x}_i$)	389,14	410,66	385,845
Média Total ($\bar{x}_{..}$)	395,215		

Fonte de Variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio	Razão F
Entre tratamentos	k-1=3	SQE=726,501	QME=363,25	F=103,87
Dentro do tratamento	n-k=3	SQD=10,49	QMD=3,496	
Total	n-1=5	SQT=736,991		

$$RR=\{F>F_{5\%,2,3}\}=\{F>9,554^*\}$$

O valor de F apresenta-se dentro da faixa obtida na tabela de distribuição de Fisher-Snedecor para $\alpha=5\%$, ou seja, se aceita a hipótese alternativa (as médias possuem diferença significativa entre as diferentes regiões).

- Verificação das médias do Al. Grau de liberdade adotado: $\alpha=5\%$.

Hipótese inicial: a média entre as regiões são iguais;

Hipótese alternativa: existe diferença entre as regiões.

	Borda superior (ppm)	Centro da chapa (ppm)	Borda inferior (ppm)
	342,9	365,85	337,20
	343,89	373,23	335,26
Média ($\bar{x}_i$)	343,395	369,54	336,23
Média Total ($\bar{x}_{..}$)	349,72		

Fonte de Variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio	Razão F
Entre tratamentos	k-1=3	SQE=1229,636	QME=614,818	F=62,30
Dentro do tratamento	n-k=3	SQD=29,604	QMD=9,868	
Total	n-1=5	SQT=1259,24		

$$RR=\{F>F_{5\%,2,3}\}=\{F>9,554^*\}$$

O valor de F apresenta-se dentro da faixa obtida na tabela de distribuição de Fisher-Snedecor para $\alpha=5\%$, ou seja, se aceita a hipótese alternativa (as médias possuem diferença significativa entre as diferentes regiões).

- Verificação das médias do Mn. Grau de liberdade adotado: $\alpha=5\%$.

Hipótese inicial: a média entre as regiões são iguais;

Hipótese alternativa: existe diferença entre as regiões.

	Borda superior (%)	Centro da chapa (%)	Borda inferior (%)
	1,43	1,54	1,28
	1,40	1,57	1,28
Média ($\bar{x}_i$)	1,415	1,555	1,28
Média Total ($\bar{x}_{..}$)	1,417		

Fonte de Variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio	Razão F
Entre tratamentos	k-1=3	SQE=0,077	QME=0,385	F=128,33
Dentro do tratamento	n-k=3	SQD=0,0009	QMD=0,0003	
Total	n-1=5	SQT=0,0779		

$$RR=\{F>F_{5\%,2,3}\}=\{F>9,554^*\}$$

O valor de F apresenta-se dentro da faixa obtida na tabela de distribuição de Fisher-Snedecor para $\alpha=5\%$, ou seja, se aceita a hipótese alternativa (as médias possuem diferença significativa entre as diferentes regiões).

- Verificação das médias do Si. Grau de liberdade adotado: $\alpha=5\%$.

Hipótese inicial: a média entre as regiões são iguais;

Hipótese alternativa: existe diferença entre as regiões.

	Borda superior (ppm)	Centro da chapa (ppm)	Borda inferior (ppm)
	0,19	0,17	0,19
	0,20	0,18	0,19
Média ($\bar{x}_i$)	0,195	0,175	0,19
Média Total ($\bar{x}_{..}$)	0,187		

Fonte de Variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio	Razão F
Entre tratamentos	k-1=3	SQE=0,000434	QME=0,000217	F=6,51
Dentro do tratamento	n-k=3	SQD=0,0001	QMD=3,333E-5	
Total	n-1=5	SQT=0,000534		

$$RR=\{F>F_{5\%,2,3}\}=\{F>9,554^*\}$$

O valor de F apresenta-se fora da faixa obtida na tabela de distribuição de Fisher-Snedecor para $\alpha=5\%$, ou seja, se aceita a hipótese inicial (não existe diferença entre as médias para as diferentes regiões).

ANEXO 2 - Medidas de microdurezas da espessura da chapa.

Espessura da chapa (mm)	Região A	Região B	Região C	Região D	Média	Desvio padrão
1	218	208	229	232	222	11
2	212	218	218	236	221	10
3	208	221	220	218	217	6
4	201	211	211	209	208	4
5	199	194	204	211	202	7
6	193	201	193	197	196	4
7	202	194	202	213	203	8
8	201	201	208	200	202	4
9	186	193	204	195	195	7
10	198	188	197	204	197	7
11	186	193	204	201	196	8
12	188	197	200	207	198	8
13	196	196	198	206	199	5
14	192	202	206	218	204	11
15	209	214	207	211	211	3
16	203	208	206	207	206	2
17	201	193	207	211	203	8

ANEXO 3 – Medida de microdureza de um único microconstituente

- Centro da chapa

Fases	Dureza (HV)
Agregado eutetóide 1	235
Agregado eutetóide 2	276
Agregado eutetóide 3	241
Ferrita 1	175
Ferrita 2	185
Ferrita 3	199

- Borda da chapa

Fases	Dureza (HV)
Agregado eutetóide 1	266
Agregado eutetóide 2	250
Agregado eutetóide 3	255
Ferrita 1	217
Ferrita 2	184
Ferrita 3	219

ANEXO 4 – Medidas de microendentação da secção transversal da chapa

Medida de microdureza (HV)				
Espessura da chapa (mm)	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4
	T.T 1200 têmpera	T.T. 1200 Têmpera revenido	T.T.950 têmpera	T.T.950 Têmpera revenido
1	413	312	382	255
2	410	311	370	274
3	397	319	324	266
4	387	329	309	270
5	385	308	318	269
6	370	339	293	262
7	385	316	312	261
8	392	310	385	239
9	398	317	359	263
10	392	302	371	235
11	396	317	392	243
12	394	315	402	222
13	402	310	410	232
14	404	323	399	257
Média	395	316	359	253
Desvio Padrão	11	9	40	16

ANEXO 5 – Medidas de tamanho de grão e fração volumétrica.

- Amostras de diferentes regiões da chapa

	Ferrita		Agregados eutetóides	
Taxa de resfriamento (°C/s)	TG (um)	V _V	TG (um)	V _V
0,5	13,8	0,70	9,5	0,30
1	14,1	0,68	12	0,32
5	12,6	0,61	10,3	0,39
10	9,9	0,58	8,8	0,42
20	6,9	0,43	10,2	0,57
30	6,2	0,32	8,1	0,68
40	8,1	0,31	12	0,69

- Amostra do centro da chapa

	Ferrita		Agregados eutetóides	
Taxa de resfriamento (°C/s)	TG (um)	V _V	TG (um)	V _V
0,5	14	0,58	14,6	0,42
1	13,4	0,69	9,9	0,31
5	15,7	0,75	8,9	0,25
10	9,9	0,66	7,5	0,34
20	8,9	0,49	9,9	0,51
30	8,3	0,42	9,5	0,58
40	7,5	0,45	9,9	0,55