

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

LUIZ GUSTAVO FERREIRA

Estudo do comportamento mecânico do aço API 5L X56 utilizado na fabricação de
tubulações

Lorena

2014

LUIZ GUSTAVO FERREIRA

Estudo do comportamento mecânico do aço API 5L X56 utilizado na fabricação de tubulações

**Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Mestre em Engenharia dos Materiais.
Área de Concentração: Materiais Metálicos Cerâmicos e Poliméricos.**

Orientador: Prof. Dr. Miguel Justino Ribeiro Barboza

Lorena - SP
Fevereiro, 2014

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTES TRABALHOS, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

Ficha Catalográfica

Elaborada pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais
USP/EEL

Ferreira, Luiz Gustavo

Estudo do comportamento mecânico do aço API 5L X56 utilizado na fabricação de tubulações/Luiz Gustavo Ferreira; orientador Miguel Justino Ribeiro Barboza. --Lorena, 2014.

72 f.: il.

Dissertação (Mestre em Ciências – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais. Área de Concentração: Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. Aço API 2. Tratamento superficial 3. Propriedades mecânicas 4 . Análise microestrutural 5. Curvas S-N I. Título.

CDU 669.018

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus pelo Dom da vida e por sua presença constante em todos os momentos da minha vida.

Aos meus pais Lucia e Geraldo, meu irmão Julio, por serem parte fundamental da minha vida e por torcerem pelo meu sucesso.

Ao Prof. Dr. Miguel Justino Ribeiro Barboza, orientador deste trabalho, pela paciência, atenção, experiência transmitida, incentivo e amizade.

À Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo pela oportunidade de realização do mestrado.

À SOCOTHERM BRASIL S/A pelo fornecimento do aço utilizado no trabalho.

À TECTTERM - Tecnologia em Tratamentos Térmicos pela nitretação dos corpos de prova.

À CAPES pela concessão da bolsa de mestrado.

À Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba, pela realização dos ensaios mecânicos de impacto, pela análise microestrutural e de rugosidade.

À Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – Universidade Estadual Paulista, pela realização dos ensaios mecânicos de tração.

Aos técnicos e funcionários pela contribuição dada ao trabalho e pela amizade, em especial a Dinara Mendes Bastos, Edilon de Oliveira França, Francisco de Paiva Reis, Geraldo do Prado, Humberto Lopes Rodrigues e Wilson Roberto Monteiro.

A todos os professores da pós-graduação pelos conhecimentos transmitidos ao longo do curso.

A todos meus colegas da pós-graduação pelo companheirismo, pelas sugestões e convívio de momentos agradáveis, em especial à doutoranda Verônica M. C. A. Oliveira pela ajuda na obtenção de parte dos resultados.

A todos que contribuíram de forma direta e indireta para realização deste trabalho, o meu reconhecimento.

"O conhecimento é o mais potente dos afetos: somente ele é capaz de induzir o ser humano a modificar sua realidade"

Friedrich Nietzsche

RESUMO

FERREIRA, L. G. **Estudo do comportamento mecânico do aço API 5L X56 utilizado na fabricação de tubulações.** 2014. 72 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2014.

Os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) utilizados em tubos para linhas de transmissão, ou seja, transferência e transporte de petróleo e gás, são especificados pela American Petroleum Institute (API) através da norma API 5L. Neste trabalho foi realizado um estudo da influência da têmpera e da nitretação no comportamento mecânico do aço API 5L X56. A microestrutura, os compostos formados com a nitretação e os mecanismos de fratura foram analisadas usando microscopia óptica, difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura respectivamente. As amostras foram caracterizadas mecanicamente por testes de microdureza, tração, impacto e fadiga. Os resultados revelaram que apenas a têmpera promoveu modificações severas na microestrutura em relação à como recebida, formando bainita, martensita e constituinte M-A. A camada nitretada apresentou profundidade de 25 μm e formação dos nitretos Fe_3N e Fe_4N . Houve aumento da microdureza, resistência mecânica com os tratamentos, juntamente com a diminuição da tenacidade e também houve um melhoramento na vida em fadiga para as duas amostras tratadas termicamente e superficialmente. Os mecanismos de fratura variaram de dúctil à frágil e em fadiga foi observado que as trincas nuclearam a partir da superfície para todas as amostras.

Palavras-chave: Aço API. Tratamento superficial. Análise microestrutural. Propriedades mecânicas. Curvas S-N.

ABSTRACT

FERREIRA, L. G. **Study on the mechanical behavior of API 5L X56 steel used for pipeline manufacturing.** 2014. 72 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena, Lorena, 2014.

The high strength and low alloy steel (HSLA) used in pipeline for line transmission, there is transference and transportation of oil and gas, they are specified by American Petroleum Institute (API) through norm API 5L. In this work it was conducted a study of the nitriding and quenching influence on the mechanical behavior of API 5L X56. The microstructure, compounds made with the nitriding and the mechanisms failure were analyzed using optical microscopy, X-ray diffraction and scanning electron microscopy respectively. The samples were mechanical characterized by microhardness, tensile, impact and fatigue test. The results revealed that only quenching treatment promoted severe modifications in microstructure in relation to as received, making up bainite, martensite and M-A constituent. The nitriding layer showed depth of 25 μm and formation of Fe_3N e Fe_4N nitrides. There was an increasing of microhardness and mechanical strength with the treatments, along with the decreasing of toughness and there was also an improvement in fatigue life for the two samples heat e surface treated. The failure mechanisms varied from ductile to brittle and in fatigue was observed that the cracks nuclear from the surface to all samples.

Key-words: API steel. Surface treatment. Microstructural analysis. Mechanical properties. S-N curves.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

| | |
|--|----|
| Figura 1 - Representação ilustrativa do processo de laminação controlada (PAXTON, 1998 apud GORNI; SILVEIRA; REIS, 2009, p.56) ¹ | 18 |
| Figura 2 - Microestruturas típicas dos aços API: (a) aço X60 laminado a quente e normalizado, (b) aço X70 laminado termomecanicamente e (c) aço X80 produzido por laminação controlada seguido de resfriamento acelerado (HILLENBRAND; GRAF; KALWA, 2001). | 19 |
| Figura 3 - Efeitos da laminação e do resfriamento sobre sítios de nucleação na transformação austenítica (KOSASU, 1992). | 20 |
| Figura 4 - Desenvolvimento dos aços API (GRIMPE et al., 2005). | 23 |
| Figura 5 - Dimensões do corpo de prova para ensaio de tração (cotas em mm). | 35 |
| Figura 6 - Dimensões do corpo de prova para ensaio de fadiga (cotas em mm). | 36 |
| Figura 7 - Micrografias do aço API 5L X56 na condição CR com ataque (a) Nital 2% e ampliação de 500X e (b) LePera e ampliação de 1000X. | 38 |
| Figura 8 - Micrografia do aço API 5L X56 na condição TT com ampliação de 500X e ataque (a) Nital 2%, (b) LePera e (c) Metabissulfito de sódio 10%. | 39 |
| Figura 9 - Micrografia do aço API 5L X56 na condição NT com ataque (a) Nital 2% e ampliação de 500X e (b) LePera e ampliação de 1000X. | 40 |
| Figura 10 - Micrografia da camada nitretada obtida por MEV. | 41 |
| Figura 11 - Difratograma da condição NT. | 42 |
| Figura 12 - Curva tensão-deformação obtida a partir dos corpos de prova nas condições CR, TT e NT. | 46 |
| Figura 13 - Fractografias do corpo de prova CR2 com ampliação de (a) 50X e (b) 1000X. | 47 |
| Figura 14 - Fractografias do corpo de prova TT3 com ampliação de (a) 50X, (b) 500X e (c) 2500X. | 48 |
| Figura 15 - Fractografias do corpo de prova NT1 com ampliação de (a) 50X e (b) 1000X. | 49 |
| Figura 16 - Energia absorvida x temperatura do aço API 5L X56 nas condições CR, TT e NT. | 50 |
| Figura 17 - Fractografias da amostra CR3 à 40°C mostrando (a) a região de delaminação com aumento de 50X e (b) o modo de fratura dúctil com aumento de 1000X. | 52 |

| | |
|--|----|
| Figura 18 - Fractografias da amostra CR1 à - 40°C mostrando (a) a região de delaminação com aumento de 50X e (b) o modo de fratura dúctil com aumento de 1000X..... | 53 |
| Figura 19 - Fractografias da amostra com aumento de 1000X (a) TT3 à 40°C com modo de fratura mista e (b) TT1 à - 40°C com modo de fratura frágil..... | 54 |
| Figura 20 - Fractografias da amostra na condição NT3 à 40°C mostrando (a) a região de delaminação com aumento de 50X e (b) o modo de fratura dúctil em diferentes regiões com aumento de 500X..... | 54 |
| Figura 21 - Fractografia da amostra na condição NT1 à - 40°C com modo de fratura frágil e aumento de 500X. | 55 |
| Figura 22 - Curvas S-N para as condições (a) CR, (b) TT e (c) NT..... | 57 |
| Figura 23: Curvas S-N para as condições (a) CR, (b) TT e (c) NT..... | 58 |
| Figura 24 - Fractografias (a) da superfície de fratura da condição CR e (b-c) de diferentes regiões de nucleação na superfície com ampliação de 200X..... | 59 |
| Figura 25 - Fratura da condição CR mostrando (a) as regiões de nucleação, propagação e ruptura por fadiga e (b) o modo de ruptura dúctil da amostra. | 60 |
| Figura 26 - Fratura da condição TT mostrando (a) as regiões de nucleação, propagação e ruptura por fadiga, (b) o modo de ruptura mista da amostra e (c) a região da amostra com estrias..... | 61 |
| Figura 27 - Fractografias da (a) superfície de fratura da condição NT, (b) região de propagação com as estrias e aumento de 1500X e (c) outra região de nucleação na superfície com estrias e ampliação de 5000 X..... | 62 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|----|
| Tabela 1 - Requerimentos de tensão para aço API 5L X56 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2007)..... | 25 |
| Tabela 2 - Composição Química do aço API 5L X56 (% em peso)..... | 31 |
| Tabela 3 - Frações volumétricas (%) de ferrita presente no aço nas três condições estudadas..... | 40 |
| Tabela 4 - Resultados do ensaio de microdureza Vickers das condições CR, TT e NT..... | 43 |
| Tabela 5 - Propriedades mecânicas obtidas no ensaio de tração das condições CR, TT e NT..... | 44 |
| Tabela 6 - Rugosidade superficial dos corpos de prova nas condições CR, TT e NT para ensaios de fadiga..... | 55 |
| Tabela 7 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga realizados em corpos de prova nas três condições. | 56 |

LISTA DE SIGLAS

| | |
|------|---|
| AISI | American Iron and Steel Institute |
| ABNT | Associação Brasileira de Normas Técnicas |
| API | American Petroleum Institute |
| ARBL | Aços de Alta Resistência e Baixa Liga |
| ASTM | American Society for Testing and Materials |
| CR | Designação para material na condição como recebida |
| EDS | Energy Dispersive Spectrography |
| HV | Dureza Vickers |
| LE | Limite de escoamento |
| LR | Limite de resistência à tração |
| MEV | Microscopia Eletrônica de Varredura |
| MO | Microscopia Óptica |
| MTS | Materials Testing Systems |
| NT | Designação para material na condição nitretada |
| RE | Razão elástica |
| SAW | Submerged Arc Welding |
| SMYS | Specified Minimum Yield Strength |
| S-N | Simbologia das Curvas de Wöhler (tensão e número de ciclos) |
| TT | Designação para material na condição tratada termicamente |
| TMCR | Thermomechanical Controlled Rolling |
| TMCP | Thermomechanical Controlled Process |
| ZTA | Zona Termicamente Afetada |

LISTA DE SÍMBOLOS

| | |
|--------------|--|
| Al | Alumínio |
| AlN | Nitreto de alumínio |
| Ap | Alongamento |
| $\gamma\rho$ | Austenita retida |
| B | Bainita |
| B | Boro |
| C | Carbono |
| Ca | Cálcio |
| CE_{Pcm} | Carbono equivalente |
| Cu | Cobre |
| CNO | Cianato |
| CN | Cianeto |
| Cr | Cromo |
| Fe | Ferro |
| gf | Gramma-força |
| J | Joules |
| ksi | Unidade de pressão |
| Mg | Magnésio |
| mm | Milímetro |
| ml | Mililitro |
| MA | Martensita-austenita retida |
| Mn | Manganês |
| MnS | Sulfeto de manganês |
| Mo | Molibdênio |
| MPa | Megapascal |
| Nb | Nióbio |
| Nb(CN) | Carbonitreto de níobio |
| N_f | Vida total em fadiga |
| Ni | Níquel |
| N_i | Número de ciclos para iniciação da fadiga |
| N_p | Número de ciclos para propagação da fadiga |

| | |
|----------------|-------------------------|
| P | Fósforo |
| P | Perlita |
| R _a | Desvio médio aritmético |
| S | Enxofre |
| Si | Silício |
| Ti | Titânio |
| TiN | Nitreto de titânio |
| V | Vanádio |
| Zn | Zinco |
| α | Ferrita |
| α M | Martensita |
| γ | Austenita |
| μ m | Micrometro |
| σ_a | Amplitude de tensão |

SUMÁRIO

| | |
|---|-----------|
| 1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS | 13 |
| 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 17 |
| 2.1 Aços ARBL e o desenvolvimento de aços API para dutos..... | 17 |
| 2.2 Classificação dos aços API para dutos | 22 |
| 2.3 Propriedades Mecânicas | 24 |
| 3 MATERIAIS E MÉTODOS | 31 |
| 3.1 Material..... | 31 |
| 3.2 Tratamentos | 31 |
| 3.3 Caracterização via Microscopia Óptica | 32 |
| 3.4 Caracterização via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)..... | 33 |
| 3.5 Determinação de Fração Volumétrica das Fases | 33 |
| 3.6 Difração de raios X..... | 33 |
| 3.7 Rugosidade Superficial | 34 |
| 3.8 Caracterização Mecânica | 34 |
| 3.8.1 Microdureza Vickers..... | 34 |
| 3.8.2 Ensaio de Tração..... | 34 |
| 3.8.3 Impacto Charpy -V | 35 |
| 3.8.4 Fadiga Axial..... | 35 |
| 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES..... | 37 |
| 4.1. Composição química..... | 37 |
| 4.2. Caracterização microestrutural | 37 |
| 4.2.1 Condição Como Recebida (CR) | 37 |
| 4.2.2 Condição com Tratamento Térmico (TT)..... | 38 |
| 4.2.3 Condição Nitretada (NT) | 40 |
| 4.3. Caracterização Mecânica | 42 |
| 4.3.1. Microdureza Vickers..... | 43 |
| 4.3.2. Ensaio de Tração..... | 44 |
| 4.3.3. Ensaio de Impacto Charpy “V” | 49 |
| 4.3.4. Ensaio de Fadiga Axial | 55 |
| 5 CONCLUSÕES..... | 63 |
| REFERÊNCIAS..... | 64 |

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

No contexto mundial, ao longo das últimas décadas, as malhas dutoviárias vêm se revelando como uma das formas mais seguras e econômicas de transporte de grandes volumes de minério de ferro, petróleo e gás (MURTA, 2003; SICILIANO, 2008; ZHANG et al., 2012), especialmente quando comparadas aos modais rodoviário e ferroviário (CEGLIAS, 2012).

Em função dos dutos de aço desempenhar um importante papel no transporte de gases e líquidos em todo o mundo (MERESHT; FARAHANI; NESHATI, 2012) e/ou do aumento da demanda energética têm reforçado a ampliação e a construção de novos minerodutos, oleodutos e gasodutos (HASHEMI; MOHAMMADYANI, 2012; SOEIRO JUNIOR; ROCHA; BRANDI, 2013). Sua utilização é influenciada pelo aumento da produtividade, que se dá tanto pela redução do peso da estrutura, quanto pelo aumento do volume do fluido transportado através de grandes distâncias. Para isto, é necessário se fabricar tubulações com grande diâmetro, com menor espessura de parede e operando sob alta pressão (ALBUQUERQUE et al., 2012; HASHEMI; MOHAMMADYANI, 2012; HILLENBRAND et al., 2005; SOEIRO JUNIOR; ROCHA; BRANDI, 2013).

Os aços utilizados em tubos para linhas de transmissão, ou seja, transferência e transporte de petróleo e gás, são especificados pela American Petroleum Institute (API) através da norma API 5L (Specification for Line Pipe Steel) em função de sua aplicação, composição química e resistência mecânica (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2007).

Estes aços devem possuir excelentes propriedades mecânicas, tais como alta resistência à baixa temperatura associada à elevada tenacidade (EL-DANAF et al., 2013), boa formabilidade (HASHEMI; MOHAMMADYANI, 2012) e soldabilidade (RIVERA; RAMUNNI; BRUZZONI, 2012) a fim de atender as necessidades da indústria de petróleo e gás, a de estruturas e automotiva. Os materiais que detêm estas características são os aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL), obtidos a partir da utilização da técnica de laminação controlada e da adição de elementos microligantes (HASHEMI; MOHAMMADYANI, 2012).

As tubulações metálicas oferecem vantagens como baixo custo, fácil fabricação, capacidade de suportar elevadas pressões externas e internas, maior compatibilidade para trabalho com fluidos (SANTOS, 2006), contudo, existem algumas preocupações quanto

aos dutos de aço, como por exemplo, a corrosão (GORNI; SILVEIRA; REIS, 2009), que se constitui num problema sério em razão da necessidade de substituição, reparação e manutenção serem extremamente cara e demorada (MERESHT; FARAHANI; NEShati, 2012). Ainda há o fato dos dutos serem submetidos a carregamentos dinâmicos em serviço devido à expansão e contração durante operação e/ou a movimentação dos dutos produzidos pelo vento e pela maré. Desta maneira, ao longo do tempo, podem surgir tensões cíclicas e levar o material ao colapso através do processo de fadiga (BELTRÃO, 2005; LEMOS, 2009).

Entre as falhas de elementos metálicos, a fratura por fadiga é a maior causa individual conhecida e estudada em engenharia (DOWLING, 1999). Nas últimas décadas, a análise deste mecanismo de falha ganhou importância na indústria em geral devido ao crescente número de componentes estruturais sujeitos a ciclos de tensões e a vibração mecânica (DIETER, 1988) e ainda, seu avanço se deve ao auxílio da microscopia óptica e eletrônica (FIGUEIREDO, 2006).

Engenheiros, projetistas e construtores vêm sendo influenciados pela tendência moderna em utilizar estruturas de grandes dimensões empregando aços cada vez mais resistentes. Similarmente a outros materiais, o limite de fadiga do aço pode ser aumentado introduzindo tensões residuais na sua superfície por meio de diversos processos ou mecanismos básicos (CHIAVERINI, 1986).

Um dos processos utilizados são os tratamentos térmicos, os quais são conduzidos por um conjunto de operações de aquecimento e resfriamento do material, em estado sólido, sob condições controladas de temperatura, tempo, atmosfera e velocidade, visando obter determinada microestrutura que resulte na alteração de suas propriedades ou proporcione características específicas. Entretanto, o modo de resfriamento, o teor de elementos de liga e as dimensões das peças a serem tratadas é que irão determinar efetivamente a estrutura final e as propriedades finais dos aços (CHIAVERINI, 1988; HONEYCOMBE, 1982; VERHOEVEN, 1975).

Uma alternativa que vem sendo estudada é o tratamento termoquímico conhecido como nitretação, cujos principais métodos são: nitretação gasosa, nitretação em banho de sais (ou nitretação líquida), nitretação a plasma e nitretação iônica (SHETTY; KUMAR; RAO, 2009), sendo as duas primeiras, as técnicas mais comuns industrialmente (OLIVEIRA; SILVA; PINEDO, 2003). A nitretação produz um enriquecimento superficial através da introdução de nitrogênio atômico que se difunde no interior do reticulado

cristalino de ligas ferrosas, no campo de estabilidade da ferrita (THELNING, 1975). Na nitretação líquida, é empregado como ambiente nitrogenoso um banho à base de cianeto e cianato, em temperaturas na faixa de 510-580°C e um tempo de operação em torno de duas horas (ARAI et al., 1991).

A nitretação promove a formação de uma zona periférica rica em nitrogênio, conhecida como camada de compostos ou camada branca, constituída de fases intermetálicas ϵ -Fe₃N e γ' -Fe₄N (SIRIN, S. Y.; SIRIN, K.; KALUC, 2008), presentes apenas em alguns processos de nitretação e uma zona logo abaixo que se estende em direção ao núcleo do substrato, denominada camada de difusão (ZHOU et al., 2013), a qual pode ser uma solução sólida intersticial de nitrogênio ou uma solução sólida acompanhada do precipitado de nitreto de ferro na forma de agulhas (LOEB et al., 2013).

Devido a nitretação não exigir altas velocidades de resfriamento e ser conduzida à baixas temperaturas, tem-se uma mínima variação dimensional (GAVRILJUK, 1996) e pouca modificação das propriedades do núcleo do material (SIRIN, S. Y.; SIRIN, K.; KALUC, 2008). A camada de nitretos formada durante o tratamento promove elevação da dureza superficial (SHETTY; KUMAR; RAO, 2009), das resistências ao desgaste e à corrosão (ABDALLA et al., 2010), das propriedades de fadiga (ZHOU et al., 2013), além das melhorias significativas em propriedades tribológicas (BERBERICH, 2001).

O beneficiamento da fadiga se deve basicamente à alteração na rede cristalina (SHETTY; KUMAR; RAO, 2009), que limita o movimento das discordâncias e promove o aumento da dureza superficial e à introdução de tensões residuais compressivas (LIMODIN; VERREMAN; TARFA, 2003; SIRIN, S. Y.; SIRIN, K.; KALUC, 2013; ZHOU et al., 2013), que retarda a iniciação da trinca devido a redução das tensões de tração que ocorrem no núcleo do material (SIRIN, S. Y.; SIRIN, K.; KALUC, 2013).

O conceito de tensão residual é bem aplicado em tubos, uma vez que se trata de uma variável embutida nas estruturas e originada durante o processo de laminação, soldagem, ou ainda, de alguns processos e mecanismos tais como tratamentos térmicos e termoquímicos de endurecimento superficial (CEGLIAS, 2012; CHIAVERINI, 1986). Estas tensões possuem comportamento elástico e em função de sua magnitude, sinal e distribuição podem beneficiar ou não as estruturas e equipamentos (RUUD, 2000).

Embora não tenham sido encontrados dados na literatura relacionados à fadiga em aços API grau X56, tanto Alhussein et al. (2013) quanto Shetty, Kumar e Rao (2009) confirmaram em seus resultados experimentais, que há um melhoramento nas propriedades

em fadiga para o aço API 5L X52 e Maraging com a introdução de tensões residuais compressivas na superfície através do jateamento e da nitretação iônica.

Neste contexto, os objetivos do trabalho foram concentrados em caracterizar e analisar a influência da têmpera e da camada nitretada nas propriedades mecânicas e nos micromecanismos de fratura do aço de baixo carbono API 5L X56 utilizado em tubulações.

Propõe-se, a partir da revisão realizada, apresentar no capítulo 3 a metodologia experimental referente aos tratamentos, caracterização microestrutural e mecânica. Posteriormente, no capítulo 4, busca-se avaliar os resultados da caracterização da estrutura, dos ensaios mecânicos, da difração de raios X e das fractografias das três condições estudadas, ou seja, como recebida, temperada e nitretada em banho de sal. Por fim, no capítulo 5, serão apresentadas as conclusões obtidas neste trabalho.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Aços ARBL e o desenvolvimento de aços API para dutos

O desenvolvimento dos aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL) é um interessante caso de conjugação de interesses econômicos e tecnológicos que vem sendo motivo de pesquisa desde o final da década de 1950 (OGATA, 2009) na busca, basicamente, de melhores características de tenacidade destes materiais associados a elevados níveis de resistência mecânica e soldabilidade (GORNI; MEI, 2003). As propriedades mecânicas apropriadas e superiores características deste material dependem, principalmente, do controle da composição química e dos parâmetros de processamento termomecânico controlado (ZHAO; YANG; SHAN, 2002). Os grandes avanços ocorreram entre as décadas de 1960 e 1980 (VIEIRA, 2007), principalmente com a introdução do processamento conhecido como laminação controlada, ou pela sigla TMCR (Thermomechanical Controlled Rolling) (GRAY; FAZAKERLEY, 1998).

Esta técnica possui controle da temperatura nos estágios de laminação, quantidade de redução pré-determinada em cada passe e a temperatura de acabamento precisamente definida. Este tratamento busca a mudança parcial da estrutura, deformando os grãos de austenita durante o processo de laminação para obtenção de grãos de ferrita finos, modificando assim, as propriedades mecânicas dos aços ARBL (GODOY, 2008). O refino de grão microestrutural eleva simultaneamente a resistência mecânica e a tenacidade da chapa (GODOY, 2008; HODSON; HICKSON; GIBBS, 1999). Este mecanismo é o mais indicado para otimização das propriedades nos aços de tubulação (OGATA, 2009) e é considerado a primeira rota para a fabricação de chapas de aços aplicados na indústria de tubos, estruturas metálicas marítimas e outras aplicações de engenharia (OUCHI, 2001).

A descrição dos processos metalúrgicos que ocorrem durante a laminação controlada está ilustrada no esquema da Figura 1. Este tratamento segue os seguintes estágios:

1º) Deformação na região de recristalização (acima de 1000°C): Nesta região o objetivo é obter uma microestrutura austenítica recristalizada, fina e homogênea. Devido ao primeiro estágio de laminação tem-se a recristalização da austenita e o tamanho do grão resultante é função do grau de redução e da presença de elementos de microliga dissolvidos na austenita (BATISTA, 2005).

2º) Deformações na região de não recristalização (950°C - 900°C): Nesta região, ocorre o achatamento dos grãos austeníticos devido a inibição da recristalização promovida pelos elementos (V, Nb e Ti) que atuam nos seus contornos de grãos. Com isto, tem-se um aumento significativo na área dos contornos de grão da austenita e, ainda, a formação de bandas de deformação no interior dos grãos austeníticos, que servirão de locais para a nucleação da ferrita (BATISTA, 2005; SILVA, 2010).

3º) Deformações na região ($\alpha + \gamma$): Nesta etapa ocorre a deformação da austenita e da ferrita com desenvolvimento de subestruturas (BATISTA, 2005). Ocorre a mudança da ferrita deformada para subgrão e a transformação da austenita não recristalizada em grãos ferríticos (BELTRÃO, 2005). São formados grãos poligonais e macios de austenita juntamente com subgrãos duros de ferrita com alta densidade de discordâncias, resultando em um material com microestrutura ferrítica-perlítica e com maior tenacidade e resistência mecânica (SILVA, 2010).

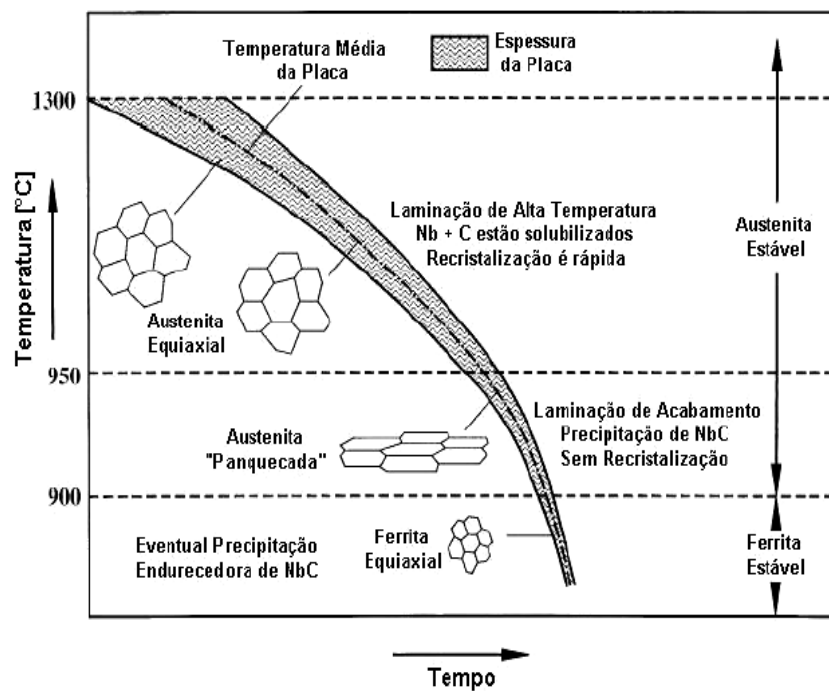


Figura 1 - Representação ilustrativa do processo de laminação controlada (PAXTON, 1998 apud GORNI; SILVEIRA; REIS, 2009, p.56)¹

Um estudo de Hillenbrand e Kalwa (2001) apresenta as microestruturas típicas de

¹ PAXTON, H. W. The Metallurgy of Steels for Large Diameter Linepipe. In: Alloys for the Eighties. **Proceedings**. Ann Arbor: Climax Molybdenum Co. 1980, p. 185-211.

três aços API com os respectivos tamanhos de grão. A Figura 2 (a) mostra uma microestrutura bandeada de grãos grosseiros de ferrita e perlita (ASTM 7-8), característicos do processo de laminação convencional e normalizada do aço X 60. Verifica-se na Figura 2 (b) que um menor tamanho de grão ferrítico (ASTM 10-11) está presente na chapa do aço API X70 obtida por laminação controlada, embora ainda apresente bandeamento. Na Figura 2 (c), o aço API X80 obtido do processo de laminação controlada seguido de resfriamento acelerado apresenta a substituição da estrutura ferrítica por uma ainda mais refinada, a bainítica (ASTM 12-13). Este resfriamento é uma das maneiras de se alcançar aços com níveis ainda mais elevados de resistência mecânica e tenacidade, associado ao baixo teor carbono e elementos de liga (GORNI; SILVEIRA; REIS, 2009; HILLENBRAND; GRAF; KALWA, 2001). Como mostra a Figura 3, isto é possível, pois, diferentemente da laminação controlada convencional, com o resfriamento acelerado, a nucleação da ferrita ocorre em toda a área dos grãos austeníticos prévios e não somente em suas bandas de deformação e contornos de grão (KOSAZU, 1992).

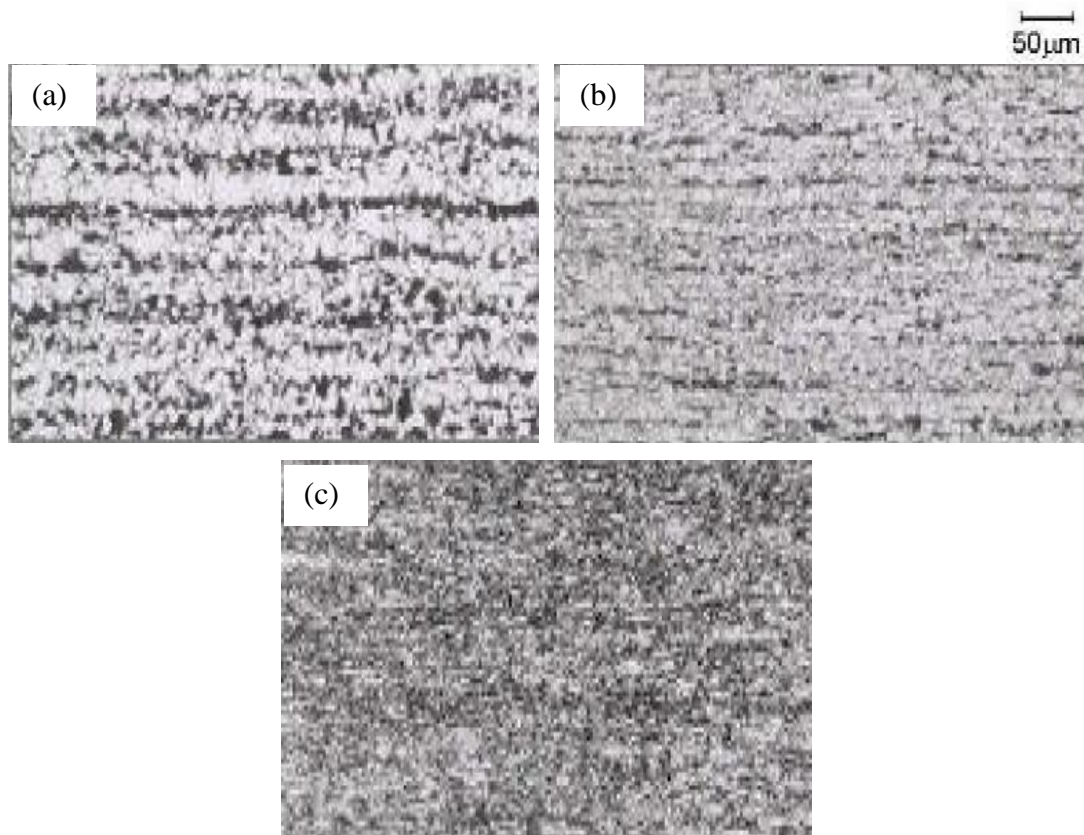


Figura 2 - Microestruturas típicas dos aços API: (a) aço X60 laminado a quente e normalizado, (b) aço X70 laminado termomecanicamente e (c) aço X80 produzido por laminação controlada seguido de resfriamento acelerado (HILLENBRAND; GRAF; KALWA, 2001).

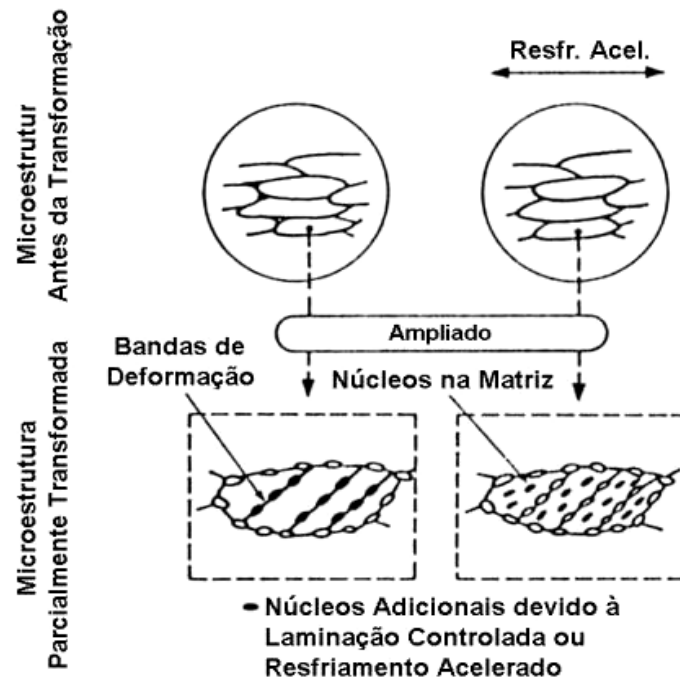


Figura 3 - Efeitos da laminação e do resfriamento sobre sítios de nucleação na transformação austenítica (KOSASU, 1992).

As microestruturas bandeadas, normalmente formadas por bandas alternadas de perlita e ferrita, são estruturas típicas resultante do trabalho a quente. A ocorrência deste mecanismo está ligada à microsegregação de elementos substitucionais (COLPAERT, 2008) durante a solidificação do aço em que estes elementos são rejeitados da formação inicial de dendritas de ferrita, resultando em regiões interdendríticas com alta concentração de soluto (THOMPSON; HOWELL, 1992), as quais em seguida, sob determinadas taxas de resfriamento, se transformam em perlita. Todos os elementos participam com maior ou menor intensidade desta segregação (SILVA, 1995).

Na fabricação de tubos com os materiais da classe API tem-se uma preocupação tradicional quanto ao teor de carbono (C). De fato, este teor relativamente baixo e o trabalho a quente proporcionado pela laminação de perfis estruturais garantem a ductilidade necessária, além de produzir uma homogeneidade muito boa em toda a extensão das peças, com pequenas variações de resistência à tração e à compressão. A ductilidade destes aços garante excelente trabalhabilidade em operações tais como corte, furação e dobramento (CHAKRABORTI; MITRA, 2007; HONEYCOMBE, 1982; YAKUBTSOV; PORUKS; BOYD, 2008). Quanto à soldabilidade, esta que é inversamente proporcional ao teor de C e ao valor de carbono equivalente, é uma característica muito

importante para este tipo de material, visto que a soldagem é usada intensivamente na fabricação e na união entre tubos (GORNÍ; SILVEIRA; REIS, 2009).

Um dos aspectos mais críticos na soldabilidade de um aço é sua susceptibilidade ao trincamento a frio na zona termicamente afetada e a influência da composição química na tendência à formação de constituintes duros na microestrutura. Foi proposto por Ito e Bessoy que, para aços com teores de carbono abaixo de 0,12% esta tendência pode ser estimada numericamente pelo carbono equivalente, conhecido como parâmetro de trincamento modificado (P_{cm}), calculado de acordo com a Equação (1) (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2007).

$$CE_{P_{cm}} = \%C + \frac{\%Si}{30} + \frac{(\%Mn + \%Cu + \%Cr)}{20} + \frac{\%Ni}{60} + \frac{\%Mo}{15} + \frac{\%V}{10} + 5 \times \%B \quad (1)$$

Geralmente, os aços ARBL possuem elementos microligantes tais como: Mn, P, Al, S, Cr, Cu, Mo, Ni, Si, Nb, Ti, V (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2007).

O manganês (Mn) é adicionado na faixa entre 1,2 a 2,0% (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2007). Quando em solução sólida, atua na redução da temperatura austenita-ferrita, auxilia no refinamento de grão ferrítico, melhorando assim, a resistência mecânica e a tenacidade dos aços (HONEYCOMBE, 1982). A API 5L recomenda que o teor de enxofre (S) não exceda 0,015% (BAI, 2001). Ele juntamente com o Mn forma sulfeto de manganês (MnS), o qual é muito plástico durante a etapa de laminação, produzindo inclusões alongadas no interior da matriz direcionada pelo sentido de laminação da chapa. Estes tipos de inclusões são prejudiciais à ductilidade e à tenacidade do material, pois se comportam como pontos de concentração de tensões. Este efeito pode ser evitado com a formação de inclusões não alongadas durante a laminação através da adição de cálcio (Ca) (OGATA, 2009).

O fósforo (P) consiste em uma impureza que colabora fortemente para a segregação central e o bandeamento dos aços com estrutura ferrítica-perlítica (OGATA, 2009). Ele aumenta a resistência dos aços de baixo teor de C e a usinabilidade em aços com usinagem fácil (CHIAVERINI, 1988). O silício (Si) é encontrado em solução sólida na ferrita e geralmente é empregado como desoxidante (HERTZBERG, 1989; OGATA, 2009), para aumentar a resistência à oxidação, a endurecibilidade e em aços com baixa liga atua no aumento de resistência à tração (CHIAVERINI, 1988).

O alumínio (Al) também funciona como um eficiente desoxidante devido à formação de óxidos e quando há formação de nitreto de alumínio, possui efeito de refinador de grão austenítico (SAGE, 1989). O nitrogênio (N) forma precipitados tais como: nitreto de titânio (TiN), nitreto de alumínio (AlN) e carbonitreto de nióbio (Nb(CN)) na faixa de temperatura de recristalização da austenita, o que reduz o crescimento do grão austenítico. O N não estando na forma de precipitados contribui para aumento da resistência mecânica, mas é prejudicial à tenacidade e pode causar corrosão intergranular quando em solução (MAGINA, 2009; OGATA, 2009). A razão Al/N tem que ser maior que dois em aços microligados para tubos API 5L (RATNAPULI, 2007).

O cromo (Cr) e o cobre (Cu) endurecem a ferrita por solução sólida e aumentam a resistência à corrosão. O molibdênio (Mo) produz um endurecimento por precipitação, além de elevar a temperatura de crescimento de grão da austenita, aumento da dureza a quente e melhora na resistência à corrosão (CHIAVERINI, 1986). Em aços ferríticos-perlíticos, o níquel (Ni) provoca um aumento na resistência juntamente com a tenacidade a baixas temperaturas por solução sólida sobre a ferrita (CHIAVERINI, 1988).

O nióbio (Nb), titânio (Ti) e o vanádio (V) são elementos efetivos no refino do grão, que proporcionam aumento de resistência, dureza, tenacidade além de permitirem redução dos teores de carbono e manganês sem alterar a soldabilidade. O nióbio é a adição principal devido ao aumento de resistência mecânica do aço na condição de material laminado, o que é economicamente vantajoso (LESLIE, 1978; OLEA, 2002).

2.2 Classificação dos aços API para dutos

A API (American Petroleum Institute), fundada em 1919, é a maior associação de petróleo dos Estados Unidos e representa todos os segmentos da indústria petrolífera (VALIM, 2005). Ela determina que os tubos sejam assegurados pelos níveis de especificação PSL 1 e PSL 2, os quais se diferenciam pelo maior rigor da PSL 2 em relação aos requisitos técnicos máximos de carbono equivalente, tenacidade, limite de escoamento e resistência. De acordo com as exigências dos tubos, as especificações API 5L A e B são utilizadas em sistemas de baixas pressões, enquanto que quando precedido por X para uso em altas pressões. Para a classe API 5L, os dois últimos dígitos após a letra X, referem-se ao grau do aço, que reflete o valor mínimo de escoamento especificado

(SMYS – Specified Minimum Yield Strength) em [ksi] (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2007).

Em geral, os tubos são produzidos pelo processo “U-O-E”. Inicialmente, há a conformação a frio para um formato “U” (U-ing press), sequencialmente, uma prensagem em “O” (O-ing press) seguida do processo arco submerso (SAW – Submerged Arc Welding) e por último a expansão hidrostática “E” (Expanding), cuja finalidade é ajustar o diâmetro às normas API 5L (GODOY, 2008; SHIN, 2013).

Anteriormente aos aços ARBL, os tubos eram fabricados com aços endurecidos pela adição de carbono e manganês, o que resultava em péssimos níveis de tenacidade e soldabilidade. Em 1948, foi incluída a especificação API 5L com o tubo X42 (SOEIRO JUNIOR; ROCHA; BRANDI, 2013). A Figura 4 mostra a evolução metalúrgica ocorrida ao longo dos últimos 60 anos nos processos de laminação dos aços API 5L que levou ao aumento contínuo da resistência mecânica destes aços (RAMIREZ, 2008).

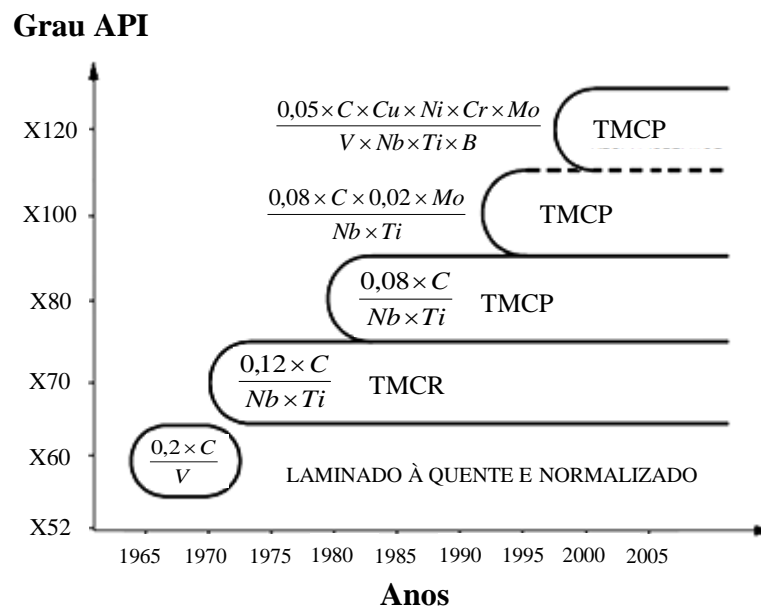


Figura 4 - Desenvolvimento dos aços API (GRIMPE et al., 2005).

No começo, os aços API X52 e X60 apresentavam teores de carbono (0,20%) e de vanádio para aumentar a resistência mecânica. A rota de produção de chapas consistia na laminação a quente visando apenas a obtenção das dimensões necessárias, seguida de normalização, que definia as propriedades mecânicas (GRIMPE et al., 2005; SANT’ANNA, 2006).

A partir dos anos de 1970, foi inserida a laminação controlada (TMCR), proporcionando o desenvolvimento de chapas com maiores níveis de tenacidade e resistência mecânica, como o X70, microligado ao nióbio e ao vanádio com redução do teor de carbono e tamanho de grão (SANT'ANNA, 2006; SOEIRO JUNIOR; ROCHA; BRANDI 2013). No início da década de 1980 foi introduzido o resfriamento acelerado após a laminação controlada, conhecido como TMCP (Thermomechanical Controlled Process) (GORNI; SILVEIRA; REIS, 2009). Esta técnica viabilizou a fabricação de tubos X80, com teores de carbono ainda menores (0,08%), microestrutura com grão refinado (bainita), reunindo excelente resistência mecânica, tenacidade e soldabilidade (SANT'ANNA, 2006; SOEIRO JUNIOR; ROCHA; BRANDI 2013).

O desenvolvimento dos aços X100 e X120 aponta a tendência mundial na busca de novas classes de aços de ultra-alta resistência mecânica. São muitas as alternativas metalúrgicas para produção dos aços de classificação X, podendo ainda, ter adições de maiores quantidades de microligantes, tais como molibdênio, cobre, níquel, cromo, boro associada às rotas de produção TMCP e ao custo de fabricação do tubo (SOEIRO JUNIOR; ROCHA; BRANDI 2013).

2.3 Propriedades Mecânicas

A determinação das propriedades mecânicas de um material metálico é realizada por meio de vários ensaios segundo sua finalidade, dos tipos de esforços que este material vai sofrer e das propriedades que se deseja medir. Neste trabalho será feito um estudo de microdureza, de tração, de impacto e de fadiga do aço API 5L X56.

O ensaio de microdureza é amplamente utilizado para avaliar a qualidade e as características de um material. A técnica utiliza penetradores de diamante e cargas menores que 1 kgf, produzindo uma impressão microscópica. É aplicável na determinação da profundidade de têmpera nos aços, da profundidade de camadas com proteção superficial, além da determinação da dureza individual de microconstituintes, de materiais frágeis, de peças pequenas ou extremamente finas (SOUZA, 1982) e ainda, como visto no trabalho de Albuquerque et al. (2012), para se comparar a dureza na região da ZTA (Zona Termicamente Afetada) adotando diferentes procedimentos de soldagem.

O ensaio de tração é largamente empregado em função de sua simplicidade e do grande número de informações que podem ser obtidas. Ele consiste em submeter um corpo

de prova padronizado a uma carga de tração uniaxial que aumenta gradativamente até a ruptura do material. É gerada a curva tensão *versus* deformação, cuja forma e a magnitude dependem de vários fatores, tais como a anisotropia do material, o tamanho de grão, a porcentagem de impurezas, o tratamento térmico, a velocidade de deformação, a temperatura e a tensão imposta durante o teste (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2008). Esta curva define um conjunto de parâmetros fundamentais à caracterização das propriedades mecânicas dos aços, que será discutido neste trabalho. A Tabela 1 apresenta as propriedades mecânicas referente aos limites de escoamento (LE) e resistência (LR) para chapas de aço X56 segundo a norma API 5L.

Tabela 1 - Requerimentos de tensão para aço API 5L X56 (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2007).

| LE mín. | | LR mín. | |
|----------------|-----|----------------|-----|
| psi | MPa | psi | MPa |
| 56000 | 390 | 71100 | 490 |

O mecanismo metalúrgico que define o LE é a fase mais tenaz (ferrita), que será a primeira a se deformar em função de sua facilidade de gerar discordâncias móveis. O LR é estabelecido pelo agregado global de fases que compõe o material (GORNI et al., 2002).

Um parâmetro importante para aços de tubos de grande diâmetro é a sua razão elástica (RE), ou seja, relação entre seu LE e LR, que indica a capacidade de encruamento do material (GORNI et al., 2002; HASHEMI; MOHAMMADYANI, 2012). Este fenômeno pode ser associado à tendência do aparecimento do efeito mola (spring-back), uma característica indesejável que dificulta a obtenção do formato projetado da chapa que está sendo conformada. A RE é uma consideração relativamente recente e pouco discutida quando associada aos efeitos da composição química, da microestrutura e dos parâmetros de processo de fabricação (GORNI et al., 2002).

Normalmente os dutos de transmissão de óleo e gás são aplicados em serviços que envolvem severas concentrações de tensões, carregamento de impacto e/ou baixas temperaturas. Por este motivo, eles devem apresentar valores máximos de resistência mecânica juntamente com boa tenacidade e boa soldabilidade para evitar o risco de fratura frágil (SANT'ANNA, 2006). A fratura dúctil é um mecanismo típico em altas temperaturas acompanhado de elevada deformação plástica e absorção de energia; a tenacidade decresce à medida que a temperatura diminui até atingir a temperatura de transição dúctil-frágil,

abaixo da qual a fratura é considerada frágil, com baixa capacidade de absorver energia (DIETER, 1988; GARCIA; SPIM; SANTOS, 2008; ZONG; ZHU; MAO, 2013).

Segundo Zong, Zhu e Mao (2013), o comportamento da fratura está relacionado com a microestrutura, textura cristalográfica, elementos de liga e precipitados. Embora discussões detalhadas sobre a relação entre estas características sejam raras, sabe-se que, para efeito prático de projeto, o conhecimento destas propriedades é essencial, pois com auxílio delas, pode-se determinar a temperatura de transição e planejar as condições de serviço de forma a não ocorrer fratura frágil do componente projetado (ELISEI, 2008).

A tenacidade pode ser avaliada pelo teste de Charpy, um método padronizado do ensaio de impacto na qual a energia cinética do pêndulo é superior a energia requerida para fraturar o corpo de prova com entalhe em V, de geometria e dimensões normalizadas (CORREA; YAMAKAWA; HAGE, 1999). Geralmente os resultados são dispostos em gráficos com coordenadas de energia absorvida no impacto *versus* temperatura.

A boa tenacidade também pode ser associada à presença de delaminações que, segundo Duncan et al. (2000) e Joo et al. (2012b), é comumente encontrada em aços com microestrutura bandeada e com presença de grãos alongados de ferrita obtidos por laminação à quente. Estas separações ocorrem perpendicularmente à direção de sollicitação mecânica e promovem fratura por clivagem de grãos grandes ou fratura em decoesão de interfaces fracas na matriz metálica (HWANG et al., 2005). Nos atuais aços ARBL o tipo de delaminação mais comum é do tipo clivagem e pode ser atribuída à segregação de P e S, textura cristalográfica, anisotropia da microestrutura, bandeamento e partículas e inclusões alinhadas (JOO et al., 2012b). Para as amostras de impacto Charpy normalmente é encontrado um sistema de delaminações paralelas e de diferentes níveis, sendo a cavidade central a mais profunda (HIPPERT, 2004).

A última propriedade a ser estudada é a de fadiga, fenômeno extensivamente estudado pela indústria automobilística, aeronáutica, petrolífera, uma vez que esta representa a causa de mais de 90% das falhas em serviço de componentes de materiais metálicos (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2008). Fadiga é definida pela ASTM E 1150 como dano localizado, acumulativo e permanente, que ocorre em um metal sob ação de esforços cíclicos em algum ponto (ou pontos), podendo culminar em trincas ou ruptura catastrófica da estrutura, após um número suficiente de flutuações.

A fratura por fadiga resulta de (i) uma tensão nominal de tração suficientemente alta; (ii) variações da tensão aplicada e (iii) um número de ciclos de aplicação da tensão

suficiente para iniciação e propagação de trincas de fadiga até a ruptura. A análise do comportamento de um material sujeito ao mecanismo de fadiga sugere um estudo caracterizado por quatro estágios (DIETER, 1988):

1) nucleação da trinca que, normalmente, inicia em defeitos preexistentes ou gerados durante a aplicação da tensão cíclica (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2008). Nos materiais em serviço em que há desgaste, corrosão, resistência à fadiga e escoamento de fluidos, o acabamento da superfície é fundamental. A ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas) avalia este acabamento por meio da medida de rugosidade superficial especificada pela norma P-NB-13 (1963), que adota o sistema da linha média (M). É calculado o desvio médio aritmético (R_a), média aritmética dos valores absolutos das ordenadas do perfil efetivo em relação à linha média num comprimento de amostragem (AGOSTINHO; RODRIGUES; LIRANI, 1977). Dispõem-se várias teorias (teorias de Orowan, de Wood, de Mott, de Cottrel e Hull entre outras) para explicar o desenvolvimento da nucleação da trinca, sendo que praticamente todos envolvem o acúmulo de discordâncias na superfície devido à deformação plástica localizada (SOUZA, 1982).

2) propagação da trinca em bandas de deslizamento em planos com máxima tensão de cisalhamento ou estágio I de crescimento da trinca;

3) propagação estável da trinca na direção normal à máxima tensão de tração ou estágio II de crescimento da trinca;

4) fratura final, quando a trinca desenvolvida progressivamente atinge o tamanho crítico tal que a seção remanescente não suporta as tensões aplicadas.

A vida total em fadiga (N_f) consiste no número de ciclos até a fratura e é considerada como a soma do número de ciclos para a iniciação (N_i) e propagação (N_p) da trinca até a fratura final ou o número de ciclos previamente estabelecido segundo o critério definido no projeto (CALLISTER, 2008). Ela pode ser avaliada por dois métodos: os baseados em testes de resistência à fadiga dos materiais (curvas Wöhler) e/ou os que empregam a mecânica da fratura.

Na década de 1850, August Wöhler foi o precursor nos estudos sobre o comportamento de materiais metálicos a esforços alternados e repetitivos, o qual resultou em conceitos importantes como o da amplitude de tensão limite (limite de fadiga) na avaliação da resistência à fadiga das estruturas e a curva de Wöhler (ou curva *S-N*), que

relaciona a tensão (σ_a) com o número de ciclos (escala logarítmica) até a fratura (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2008).

A abordagem proposta por Wöhler ainda é utilizada como ferramenta extremamente útil mesmo existindo novos modelos para análise da vida em fadiga de um material (CORRÊA, 2010). Contudo, o modelo de curvas *S-N* apresenta somente dois estados: satisfatório e não satisfatório. Conseqüentemente, este modelo não é apropriado para caracterizar o estado físico efetivo da estrutura para um dado instante de tempo *t* (MACHADO, 2002).

Abdalla et al. (2010) investigaram a melhoria nas propriedades do aço de baixo carbono AISI 1010 tratado termiquimicamente a plasma: nitretação, nitrocarbonetação e nitrocarbonetação com pós-oxidação em diferentes temperaturas, tempos e composições na mistura gasosa. Avaliou-se a estrutura, composição das fases e ensaios mecânicos de microdureza, tração e fadiga de amostras nitretadas em 400, 500 e 600°C variando o tempo de 10 a 60 min. Observaram que a espessura da camada cresce com o aumento da temperatura, concentração de nitrogênio e tempo de permanência em tratamento, variando de 0,5 a 14 μm . A difração de raios X mostra a formação dos nitretos Fe_4N (γ') e Fe_{2-3}N (ϵ) e Fe_3O_4 . Verificaram que a dureza superficial aumenta com o tempo de nitretação e varia de 220-880 HV de acordo com os diferentes parâmetros. Foi notada uma elevação nos valores de resistência mecânica e um melhoramento na vida em fadiga com aumento da espessura e dureza da camada, apresentando uma variação de 275-365 MPa para o limite de escoamento, de 375-525 MPa para o limite de resistência e de 300-420 MPa para o limite de fadiga.

Zhou et al. (2013) analisaram o comportamento de dois aços de médio carbono Cr-Mo-Al com diferentes teores de nitrogênio endurecidos superficialmente por nitretação a plasma. Exploraram as análises da microestrutura, da camada, perfil de dureza, testes de tração e de fadiga por flexão rotativa. A profundidade da camada nitretada dos dois aços foi de cerca de 380-400 μm . Também foi visto formação de nitretos de $\text{Fe}_\alpha(\text{N})$ e que as microestruturas se diferem apenas no tamanho de grão. O perfil de dureza diminuiu a partir da superfície em direção ao núcleo e varia de 1130-1240 $\text{HV}_{0,1}$ para a superfície a 340 $\text{HV}_{0,1}$ para o substrato. Não houve diferenças expressivas nas resistências ao escoamento e máxima, para as duas amostras dos aços não nitretados, sendo 915-875 MPa e 1060-1000 MPa, respectivamente. A nitretação também promoveu o melhoramento nos

limites de fadiga de 46% (aço A) e 64% (aço B) e o deslocamento da origem da fratura da superfície para as regiões subsuperficiais a partir de inclusões de nitreto de alumínio.

Yeh, Chiu e Chang (2011) estudaram os efeitos de diferentes parâmetros de nitretação a gás sobre as propriedades mecânicas e de corrosão do aço SACM 645. Investigaram a camada juntamente com os nítretos formados, resistências à corrosão e ao desgaste, perfis de microdureza e comportamento em fadiga de corpos de prova nitretados a 530°C em tempos de 12, 24, 48 e 96 horas. Os resultados mostraram que a espessura da camada branca era cerca de 15 µm e da camada de difusão variou de 300-1100 µm de acordo com o tempo de nitretação. Na difração de raios X observaram uma variação de fases formadas, com presença predominante de Fe₃O₄ para a superfície, de Fe₄N (γ') e Fe₃N (ε) na camada (30 µm) e de Fe no substrato. O perfil de microdureza diminuiu exponencialmente a partir da superfície variando de 1100-300 HV_{0.1}. As resistências à corrosão e ao desgaste foram significativamente melhoradas pelo processo de nitretação. Nos testes de fadiga rotativa verificou que a nitretação a gás aumentou 44% do limite de fadiga do aço sem tratamento e que a nucleação da falha por fadiga foi deslocada da superfície para regiões subsuperficiais.

Sirin S. Y., Sirin K. e Kaluc (2013) avaliaram o comportamento de fadiga e resistência mecânica de aço baixa liga AISI 4340 nitretado ionicamente sob diferentes condições, incluindo tempo (2, 4, 8 e 16 horas) e temperatura (500, 520 e 540°C). Estudaram a microestrutura, dureza, rugosidade da superfície e propriedades de tração e fadiga por flexão rotativa para três grupos de amostras: (i) laminadas a quente, (ii) temperadas, revenidas e polidas e (iii) temperadas, revenidas e não polidas. Verificaram que a dureza diminuiu gradualmente a partir da superfície em direção ao núcleo e para tempos longos de nitretação e ainda, que houve um aumento de 101% para a amostra tratada e polida e de 157% para a laminada a quente. As resistências ao escoamento e máxima das amostras laminadas a quente foram aumentadas em 118,6% e 58,5% respectivamente com a têmpera e revenimento. Enquanto que a nitretação promoveu aumento na resistência ao escoamento de 12,1-17% para as amostras laminadas a quente e de 1,4-4,3% para as tratadas, a resistência máxima não foi aumentada para nenhuma das condições. A ductilidade do material reduziu tanto pelo tratamento térmico quanto pelo processo de nitretação iônica. Em fadiga, a primeira melhoria foi obtida com a têmpera e revenimento, aumentando o limite de fadiga cerca de 52,5%. Foi observada também uma relação linear entre a resistência à fadiga e a profundidade da camada para todas as

amostras e que, com a nitretação houve uma melhora de 110% na resistência à fadiga para as amostras laminadas a quente, de 91,7% para as amostras tratadas e polidas e de 60,1% para as amostras tratadas e não polidas. Verificaram que o efeito da rugosidade da superfície sobre a resistência à fadiga continua a uma taxa decrescente, mesmo depois de nitretação. A análise da fratura de fadiga mostra que as trincas iniciam na superfície para as amostras sem tratamento e em regiões subsuperficiais para as amostras nitretadas e que todos os corpos de prova faturados falharam proveniente de inclusões não metálicas.

Shetty, Kumar e Rao (2009) mostram o efeito da nitretação iônica (435°C, 450°C e 465°C-10 h) na microestrutura e nas propriedades do aço Maraging grau 250. Investigaram a microestrutura do material base, a camada nitretada e as propriedades de dureza, tração, impacto, fadiga e resistência à corrosão tanto para amostras nitretadas quanto para amostras não nitretadas. Observaram que com a nitretação a fase martensítica do núcleo permanece inalterada e que se forma uma camada (81-99 μm) com nitretos γ' -Fe₄N para as três temperaturas empregadas. A dureza média da superfície aumenta de 616 HV_{0,1} para 907 HV_{0,1}, contudo este valor diminui continuamente da superfície para o núcleo da amostra. As amostras nitretadas exibem um aumento das resistências ao escoamento e máxima de 11 e 10% respectivamente e uma diminuição no alongamento e na redução percentual em área de 47 e 63% nesta ordem. A nitretação também reduziu a energia absorvida no teste de impacto Charpy em 54%, promoveu um melhoramento na resistência a corrosão e um aumento de 106% no número de ciclos até a falha.

Ferro e Gama (2012) investigaram as modificações microestruturais do aço API 5L X80 tratado termicamente por têmpera nas temperaturas 500, 650 e 800°C, onde ocorrem as principais transformações metalúrgicas no processo de fabricação por soldagem. Constataram que a microestrutura a 500 e 650°C tornaram indesejável devido à formação da ferrita secundária, ao passo que em 800°C formou uma microestrutura aconselhável em função da maior presença de constituintes ferrita acicular.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Material

O material utilizado neste estudo é o aço API 5L X56 fornecido pela SOCOTHERM BRASIL S/A. Foi adquirido na forma de tubo com 508 mm de diâmetro, 15,87 mm de espessura e 1500 mm de comprimento. A composição química foi determinada por espectrometria de emissão óptica a vácuo e encontra-se descrita na Tabela 2.

Tabela 2 - Composição Química do aço API 5L X56 (% em peso).

| C | Mn | N | Si | P | Cr | B |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|----------|
| 0,078 | 1,44 | 0,0076 | 0,21 | 0,023 | 0,02 | 0,0002 |
| Ni | Cu | Mo | V | Nb | Ti | |
| 0,007 | 0,006 | 0,003 | 0,003 | 0,027 | 0,015 | |

3.2 Tratamentos

Além do material na condição como recebido, foram estudadas as condições com tratamento térmico e a nitretada em banho de sal. O tratamento térmico de têmpera foi realizado nas amostras a 750°C por uma hora resfriadas em água e gelo, sendo elas previamente normalizadas (1050°C/uma hora) a fim de aliviar razoavelmente as tensões internas e produzir uma estrutura mais homogênea, diminuindo a dispersão dos resultados encontrada na condição como recebida. Os corpos de prova de impacto, de tração e de fadiga, divididos em lotes, foram aquecidos no forno JUNG modelo 0713 no laboratório de fornos da Escola de Engenharia de Lorena – EEL/USP. Os parâmetros do tratamento térmico utilizado neste trabalho foram baseados nos dados experimentais do estudo de Ferro e Gama (2012) e de acordo com Chiaverini (1988).

A nitretação em banho de sal foi realizada nos corpos de prova (impacto, tração e fadiga) a partir da condição como recebido pela empresa TECTTERM (Tecnologia em Tratamentos Térmicos), localizada em Pindamonhangaba-SP. Utilizou-se 32,5% de cianato (CNO) e 0,5% de cianeto (CN), tempo de 2h15min, temperatura de 565°C e posterior resfriamento ao ar.

3.3 Caracterização via Microscopia Óptica

As superfícies das amostras de aço API 5L X56 foram preparadas com base nos padrões usuais de metalografia, envolvendo embutimento a quente, seguido de lixamento manual com lixas à base de SiC, na sequência de granas 220, 400, 800, 1000, 1200 e 2400. O polimento foi realizado com uma suspensão de sílica coloidal (OP-S) e o ataque químico foi feito com os seguintes reagentes usualmente aplicados na revelação de microestruturas em aços:

a) NITAL 2% - 2 ml de ácido nítrico (HNO_3) e 98 ml de álcool etílico.

Este reagente químico evidencia os contornos de grão de ferrita e produz maior contraste da perlita, bainita e martensita, tornando-as mais escuras (COLPAERT, 2008; SOUZA, 2008). A aplicação do Nital foi por imersão, utilizando o tempo de 25 a 30 segundos para o ataque, sendo suficiente para revelar a microestrutura do material. O ataque químico foi interrompido com água corrente e finalizado com a secagem da amostra com jato de ar frio.

b) LePERA 1:1 (Solução aquosa de metabissulfito de sódio + reagente picral);

Solução I: 1g de metabissulfito de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) e 100 ml de água destilada;

Solução II: 4 ml de ácido pícrico e 96 ml de álcool etílico.

O LePera é muito aplicado para destacar a ferrita (cor bronze), bainita (cor preta) e martensita (clara-branca). Este reagente é composto da mistura, em partes iguais, das duas soluções descritas acima. A aplicação deste reagente foi precedida de um ataque com Nital 2% (10-15s) com o objetivo de delinear os contornos de grão da estrutura, favorecendo um maior contraste dos microconstituintes presentes ao atacar com o reagente LePera. A aplicação do LePera foi realizada por imersão total da amostra na solução, durante um tempo de 20 a 25 segundos, sendo a interrupção do ataque feita em água destilada, seguida de álcool etílico e secagem com jato de ar frio.

c) METABISSULFITO DE SÓDIO 10% (10g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ e 100 ml de água destilada);

O ataque químico visa distinguir a austenita (que aparece na cor branca) das demais fases constituintes do aço, que aparecem em tonalidade escura (SOUZA, 2008). O ataque foi realizado por imersão, durante um tempo de 25 a 30 segundos. A interrupção do ataque químico foi feita com água destilada seguida de secagem com jato de ar frio.

As amostras foram analisadas no plano de laminação (L) no Laboratório de Metalografia da Faculdade de Tecnologia de Pindamonhangaba - FATEC utilizando o microscópio óptico (MO) Olympus BX51M, acoplado a uma câmara digital Media Cybernetics PL-A662 e um computador com o software Analysis.

3.4 Caracterização via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura marca LEO modelo 1450VP para medida de profundidade da camada nitretada e na análise fractográfica com objetivo de tentar identificar os mecanismos envolvidos no processo de fratura dos corpos ensaiados. As superfícies fraturadas foram limpas com acetona para retirar o verniz protetor, com auxílio do equipamento de ultrassom THORNTON, antes de serem colocadas na câmara de vácuo do MEV. Também foi feito o mapeamento de manganês, utilizando o EDS (Energy Dispersive Spectrography) marca HITACHI modelo TM 3000.

3.5 Determinação de Fração Volumétrica das Fases

A análise quantitativa das fases presentes na estrutura das amostras foi realizada através da fração volumétrica utilizando a norma ASTM E562 por meio do processamento de um conjunto de 30 imagens por condição e ampliação de 500 X com o auxílio do software Image J (Image Processing and Analysis in Java).

3.6 Difração de raios X

Foi realizada a difração de raios X para a identificação dos nitretos formados na camada nitretada. Foi utilizado o difratômetro Shimadzu XRD 6000 disponibilizado na EEL/USP, com radiação α do cobre ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) e ângulo de varredura 2θ variando de 20° a 90° .

3.7 Rugosidade Superficial

A rugosidade superficial dos corpos de prova utilizados para os ensaios de fadiga axial foi medida utilizando-se um rugosímetro MITUTOYO, modelo SJ 301, com objetivo de comparar os níveis de rugosidade entre as amostras testadas.

3.8 Caracterização Mecânica

Para o desenvolvimento deste trabalho os corpos de prova de tração e fadiga foram retirados da direção longitudinal e o de e Charpy da direção transversal, de modo que a posição do entalhe ficasse na direção de laminação. A usinagem de todos os corpos de prova foi executada no aço como recebido.

3.8.1 Microdureza Vickers

Nesta etapa utilizou-se um microdurômetro BUEHLER-MICROMET 2004, sendo feitas 12 impressões na seção paralela à superfície de laminação em cada amostra, aplicando uma carga de 200 gf, tempo de 15 segundos e espaçamento longitudinal linear entre impressões de 0,1 mm. A média dos valores e o respectivo desvio-padrão foram calculados. Adicionalmente foi realizado o teste de microdureza ao longo da camada nitretada utilizando o mesmo equipamento e tempo com menor carga, 50 gf.

3.8.2 Ensaio de Tração

Realizou-se este ensaio com intuito de verificar as propriedades mecânicas essenciais de engenharia, tais como limite de escoamento (LE), utilizado no planejamento dos ensaios de fadiga, limite de resistência à tração (LR), alongamento total (Ap%) e redução de área (RA%). Adicionalmente foi calculada a razão elástica do material (RE).

Foram usinados nove corpos de prova (Figura 5) conforme a norma ASTM E 8M, na oficina mecânica da EEL/USP. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Departamento de Materiais e Tecnologia da Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá - FEG/UNESP. O equipamento utilizado foi a máquina SHIMADZU com célula de carga de 50 kN, com velocidade de deslocamento do cabeçote de 0,05 mm/min. e à temperatura ambiente nas condições como recebido, temperado e nitretado. Os valores

obtidos foram importados para a planilha Origin 6.1 para plotagem das curvas tensão *versus* deformação.

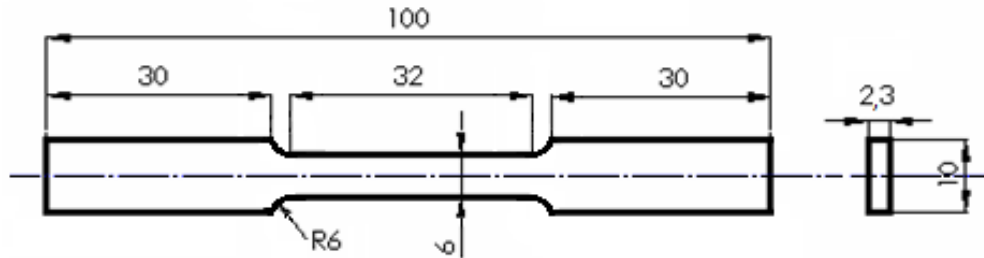


Figura 5 - Dimensões do corpo de prova para ensaio de tração (cotas em mm).

3.8.3 Impacto Charpy -V

Para a determinação dos valores de energia de impacto absorvida em função da temperatura do material, utilizou-se um conjunto de 45 corpos de prova. As amostras foram usinadas na oficina mecânica da EEL/USP com dimensões de 10×10×55 mm em conformidade à norma ASTM E23 tipo A e o entalhe foi feito na Máquina de Corte Manual de Entalhe TIME Group Inc. LS71 – UV na FATEC. Os corpos foram ensaiados em uma máquina de ensaios Charpy JB-W 300A, utilizando um pêndulo de impacto de 300 J e temperaturas de ensaio: -40, 0, 10, 25 e 40°C. E ainda, foram testados três corpos de prova em cada condição e temperatura, com o objetivo de se comparar a tenacidade entre eles.

Para atingir as temperaturas de ensaio mais baixas, as amostras foram imersas numa combinação de álcool etílico, acetona e nitrogênio líquido, e nestas mantidas por aproximadamente dez minutos. A temperatura mais elevada foi obtida através de uma estufa Gehaka G4023D, mantendo o mesmo tempo para garantir o encharque da temperatura. Após este período, os corpos de prova foram posicionados na máquina de ensaios e o pêndulo liberado em menos de 5 segundos.

3.8.4 Fadiga Axial

O objetivo deste ensaio foi traçar as curvas S-N do API 5L X56 nas três condições de estudadas. Foram usinados 45 corpos de prova (Figura 6) na oficina mecânica da EEL/USP de acordo com as especificações da norma ASTM E 466, lixados (# 1000 e 1200) e polidos

(OP-S) na porção central com auxílio da furadeira elétrica portátil EBERLE - S 8084, para se obter um melhor acabamento superficial, com menores níveis de concentrações de tensão.

Todas as amostras foram ensaiados na máquina MTS modelo 810.23 (servo-hidráulica e de capacidade de 250 kN), com frequência de 25 Hz, razão de tensão de $R = 0,1$ e à temperatura ambiente. Os níveis de tensão máxima adotados nos ensaios foram determinados em função dos resultados dos testes de tração e a curva de fadiga ajustada na faixa de vidas variando entre 10^2 e 10^6 ciclos.

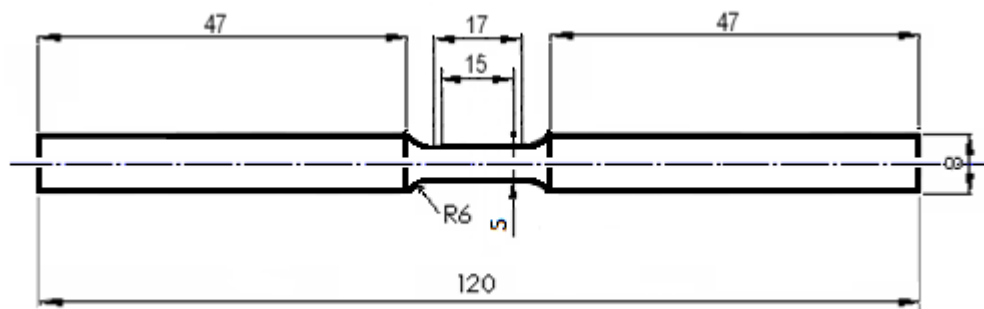


Figura 6 - Dimensões do corpo de prova para ensaio de fadiga (cotas em mm).

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo, são apresentados, os resultados das análises microestruturais por microscopia óptica e eletrônica de varredura, de difração raios X e dos diversos ensaios mecânicos realizados de acordo com os procedimentos experimentais descritos no Capítulo 3. Nas seções a seguir o material na condição como recebido será designado por CR, na condição com tratamento térmico por TT e o nitretado em banho de sal por NT.

4.1. Composição química

Os resultados da análise química apresentados na Tabela 2 estão de acordo com a norma API 5L, uma vez que os valores se encontram dentro dos limites estabelecidos, com exceção do teor de manganês, que apresentou um valor ligeiramente superior ao máximo determinado pela norma. Com base na Equação (1), tem-se que o valor do carbono equivalente pelo índice $CE_{Pcm} = 0,16$ está dentro do limite máximo prescrito pela API 5L, ou seja, atendem aos requisitos para garantir boa soldabilidade e pequena propensão a trincas durante a soldagem.

4.2. Caracterização microestrutural

4.2.1 Condição Como Recebida (CR)

A Figura 7 (a) apresenta a micrografia obtida por microscopia óptica da condição CR atacada com Nital 2% e ampliação de 500X. Nela observa-se uma microestrutura com predominância de bandas de ferrita [(F) parte clara] não uniformes e perlita [(P) parte escura] orientadas paralelamente à direção de laminação, característico de aços hipoeutetóides (THOMPSON; HOWELL, 1992) submetidos à laminação a quente ou laminação termomecânica (HILLENBRAND; GRAF; KALWA, 2001). Na Figura 7 (b) verifica-se a metalografia da condição CR submetida ao ataque químico com LePera e ampliação de 1000X, onde também nota-se o bandeamento com coloração típica deste ataque, com a fase ferrítica em marrom e a perlítica em tons mais escuros. A distribuição e morfologia heterogênea destas fases mais duras (P) podem provocar anisotropia das propriedades mecânicas (OGATA, 2009).

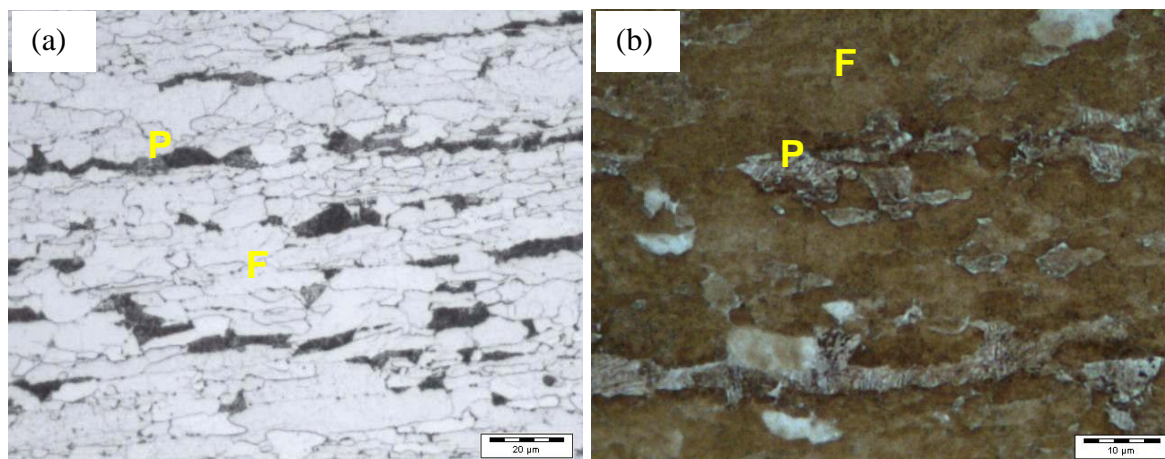


Figura 7 - Micrografias do aço API 5L X56 na condição CR com ataque (a) Nital 2% e ampliação de 500X e (b) LePera e ampliação de 1000X.

4.2.2 Condição com Tratamento Térmico (TT)

A Figura 8 (a) mostra a condição TT atacada com Nital 2%, na qual observa-se uma micrografia delineada sob duas tonalidades, uma mais clara correspondente a ferrita (F) e outra mais escura nos contornos de grãos, não distinguida com este ataque. Em função da estrutura ser complexa, foram aplicados ataques químicos com LePera e Metabissulfito de sódio 10% para identificação de todas fases constituintes do aço.

A Figura 8 (b) confirma que o tratamento modificou a microestrutura inicial do material e de acordo com a morfologia, condição de resfriamento e pelas propriedades mecânicas apresentadas, as fases observadas em diferentes tonalidades em conformidade com Voort (1984), foram caracterizadas como ferrita (F) a de tons de marrom claro, bainita (B) a de cor preta e a martensita (αM) juntamente com martensita-austenita retida (M-A) não diferenciados nos contornos dos grãos em tom de branco.

Similar as análises experimentais de Elisey (2008), acredita-se que em função da baixa porcentagem de elementos ligantes assim como de carbono, a coloração verificada para as amostras adquiriram tonalidades diferentes. Especificamente, como observa-se na Figura 8 (c) com ataque químico à base de metabissulfito de sódio, a matriz ferrítica apresentou-se marrom, a bainita preta, enquanto que no restante do contorno tem-se martensita e uma microfase brilhante, em pequeno percentual, o constituinte MA, que consiste na coexistência da austenita retida e da martensita (ZHAO et al., 2003). Os microconstituintes formados nesta condição foram diferentes dos encontrados por Ferro e Gama (2012).

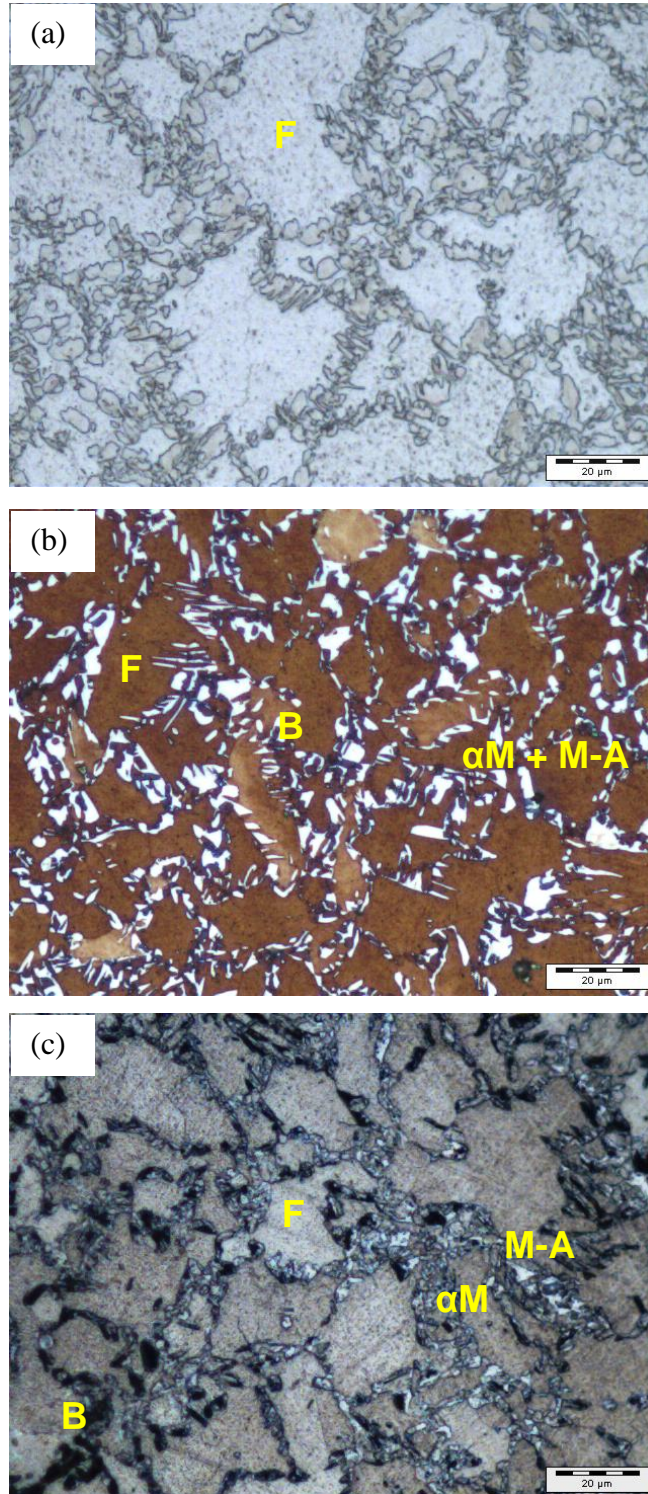


Figura 8 - Micrografia do aço API 5L X56 na condição TT com ampliação de 500X e ataque (a) Nital 2%, (b) LePera e (c) Metabissulfito de sódio 10%.

4.2.3 Condição Nitretada (NT)

Nas Figuras 9 (a) e (b) são apresentadas as microestruturas da condição NT atacadas com Nital 2% e LePera respectivamente. Nestas observa-se uma microestrutura próxima à encontrada na condição CR, uma matriz ferrítica com bandejamento de perlita. Isto indica a característica do tratamento termoquímico, que segundo Sirin S. Y., Sirin K. e Kaluc (2008) promove modificações superficiais sem alterar as propriedades do núcleo. Assim como nas outras condições, o ataque LePera revelou fases com tonalidade mais clara dispersas na matriz ferrítica, as quais são possivelmente grãos de austenita.

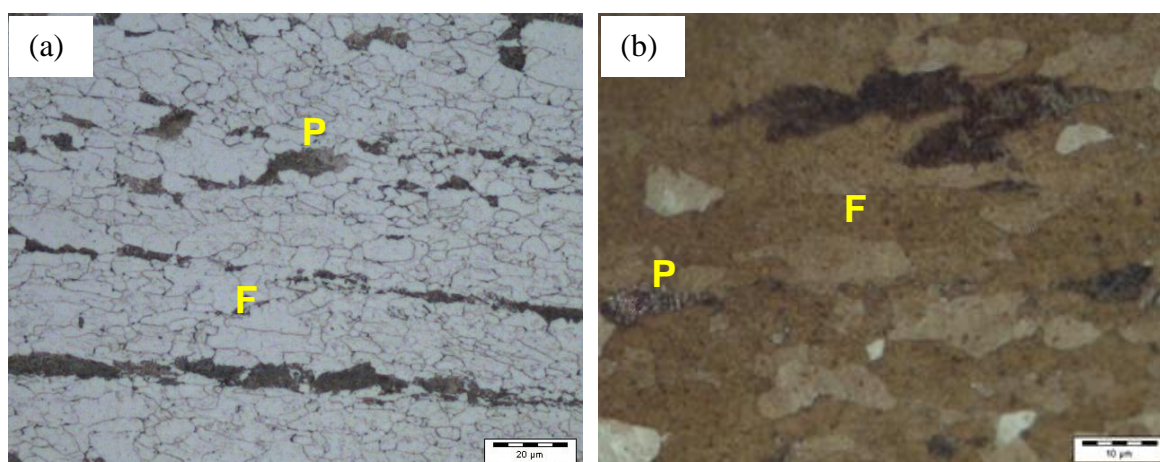


Figura 9 - Micrografia do aço API 5L X56 na condição NT com ataque (a) Nital 2% e ampliação de 500X e (b) LePera e ampliação de 1000X.

Na Tabela 3 são apresentadas as médias das frações volumétricas de ferrita correspondentes às diferentes condições de tratamento, obtidas a partir das fotomicrografias ópticas atacadas pelo reagente metabissulfito de sódio 10%.

Tabela 3- Frações volumétricas (%) de ferrita presente no aço nas três condições estudadas.

| Condição | Ferrita |
|-----------------|----------------|
| CR | 86,2 ± 0,82 |
| TT | 59,1 ± 0,52 |
| NT | 86,8 ± 0,90 |

Comparando-se os resultados da fração volumétrica, pode-se concluir que embora a fase em maior proporção seja a ferrítica em função da pequena quantidade de carbono que o material apresenta, é visto uma similaridade nos resultados entre as condições CR e NT, ao passo que para a condição TT, nota-se o menor percentual, confirmando que o tratamento térmico modificou a microestrutura, formando outras fases. Os valores encontram-se próximos aos encontrados por Sant'anna (2006).

Foi realizado o mapeamento de Mn nas três condições por meio do EDS. A microanálise mostrou que houve concentração de Mn por toda a região do material, com maior acúmulo nas regiões com perlita para a condição CR e NT e nos contornos de grão para a condição TT. As bandas de perlita serem mais ricas em manganês está de acordo com os resultados de Sant'anna (2006). De fato a análise química revelou que o aço X56 apresenta um significativo teor de Mn (1,44% em peso) em relação aos demais elementos de liga, que possivelmente contribui para a formação do bandejamento.

A Figura 10 apresenta o corte transversal da camada nitretada atacada quimicamente pelo reagente Nital 2%. Ela possui uma espessura média de 25 μm e aspecto similar aos estudos de Shetty, Kumar e Rao (2009) e por Zhou et al. (2013).

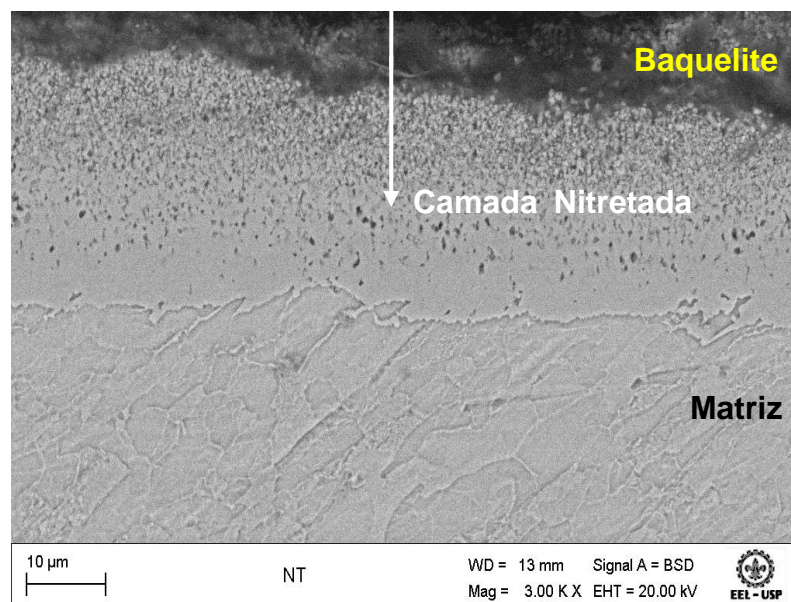


Figura 10 - Micrografia da camada nitretada obtida por MEV.

A análise da amostra da condição NT por difração de raios X mostrada na Figura 11 foi realizada com o objetivo de caracterizar as fases presentes junto à superfície nitretada.

No difratograma observa-se que houve formação do nitreto ϵ -Fe₃N sobre a superfície em quatro orientações preferenciais, sendo (101) a maior e (100) a de menor intensidade. Contudo os compostos ϵ -Fe₃N e γ' -Fe₄N apresentam um pico característico referentes aos planos (002) para Fe₃N e (111) para Fe₄N na mesma posição, ou seja, em $2\theta = 41,09^\circ$. Em função disto, não se pode afirmar que houve formação de apenas Fe₃N, mas sim, que a camada é constituída essencialmente deste nitreto. Esta combinação de compostos está de acordo com a literatura, pois segundo Cardoso (1999), na nitretação em banho de sais, a camada pode ser formada por nitretos do tipo Fe₄N (γ'), nitretos do tipo Fe₂₋₃N (ϵ) ou uma mistura destas duas fases. O parâmetro de rede calculado foi igual à $a = 2,7280$ nm e $c = 4,3960$ nm o que significa que formou-se uma célula unitária de volume 2,0% maior quando comparado com a bibliografia (CARDOSO, 1999). Esta diferença pode ser atribuída à presença de elementos microligantes e à preparação da superfície. No trabalho de Manfrinato (2006) também foi observada a formação do precipitado Fe₄N para o plano (111). Da mesma forma, Abdalla et al. (2010), Sirin S. Y., Sirin K. e Kaluc (2008) e Yeh, Chiu e Chang (2011) observaram proporções das fases γ' -Fe₄N e ϵ -Fe₂₋₃N na camada nitretada em suas análises.

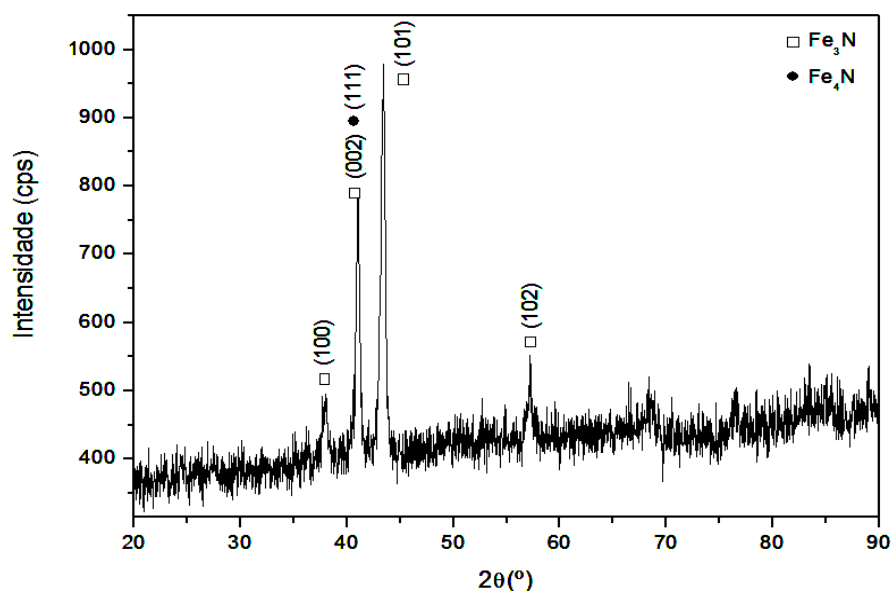


Figura 11 - Difratograma da condição NT.

4.3. Caracterização Mecânica

4.3.1. Microdureza Vickers

Na Tabela 4 são apresentadas as médias das 12 impressões realizadas no plano longitudinal paralelo à superfície de laminação do aço X56 nas três condições estudadas no ensaio de microdureza Vickers.

Tabela 4 - Resultados do ensaio de microdureza Vickers das condições CR, TT e NT.

| Microdureza Vickers [HV] | | | |
|---------------------------------|---------------|----------------|---------------|
| Condição | CR | TT | NT |
| Média | $210 \pm 7,7$ | $227 \pm 10,6$ | $286 \pm 9,6$ |

Com o resultado é possível observar valores na faixa de 210 HV para a condição CR, a qual está de acordo com a norma API 5L. Hashemi e Mohammadyani (2012) e Haskel (2013) encontraram, respectivamente, uma média de 211 HV para o aço API 5L X65 e 217,6 HV para o X70.

A condição TT apresenta um acréscimo de microdureza chegando até 227 HV e isto se deve primariamente à formação de estruturas martensíticas, neste caso, de baixo carbono. Uma vez que este microconstituente se forma sob elevada velocidade de resfriamento, é formada uma solução sólida supersaturada de carbono na ferrita que induz tensões de compressão na matriz, distorcendo o reticulado e aumentando a dureza da estrutura resultante (CHIAVERINI, 1986; GORNI, 2008). Assim como Sant'anna (2006), considera-se que o penetrador deforma uma grande área e não apenas as fases presentes nos contornos dos grãos de ferrita, logo o aumento pouco expressivo pode ser associado à interferência das outras fases mais tenazes na medida da dureza.

Na condição NT também é visto uma elevação na microdureza para 286 HV. Como a dureza superficial da camada nitretada é de 500 HV, conclui-se que área de endentação foi feita na zona de difusão, região de solução sólida intersticial de nitrogênio na ferrita, com maior dureza (LOEB, 2013) e confirma o comportamento visto por Abdalla et al. (2010), Sirin S. Y., Sirin K. e Kaluc (2013), Shetty, Kumar e Rao (2009), Yeh, Chiu e Chang (2011) e Zhou et al. (2013), que também verificaram uma diminuição gradual da dureza a partir da superfície em direção ao núcleo.

A pequena variação nas medidas feitas está associada à heterogeneidade do material, esta que é influenciada, sobretudo por pequenas diferenças na composição química, natureza da microestrutura, área onde é feita a indentação, ou diferenças no histórico

térmico e mecânico de processamento do aço, comportamento também observado por Silva (2004).

4.3.2. Ensaio de Tração

Foram realizados três ensaios de tração para cada condição estudada, dos quais foram obtidos os resultados do limite de escoamento (LE), da resistência à tração (LR), do alongamento total (Ap) e da razão elástica (RE). A medida do LE foi realizada pelo método *off set* 0,2%, a do LR e Ap calculada com auxílio do programa ORIGIN 6.1. As médias destas propriedades são apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5 - Propriedades mecânicas obtidas no ensaio de tração das condições CR, TT e NT.

| Condição | LE [MPa] | LR [MPa] | RE | Ap [%] |
|-----------------|-----------------|-----------------|-------------|---------------|
| CR | 396,3 ± 46,06 | 473,7 ± 39,53 | 0,84 ± 0,04 | 22,97 ± 2,41 |
| TT | 574,4 ± 25,04 | 720,4 ± 44,94 | 0,81 ± 0,03 | 21,00 ± 1,98 |
| NT | 587,2 ± 28,06 | 650,5 ± 31,22 | 0,90 | 12,53 ± 1,82 |

A norma API 5L define valores mínimos de resistência mecânica em tração para os diversos graus de aços (desde o X42 até o X80). Para o aço em estudo, o valor mínimo do LE deve ser 390 MPa, o do LR 490 MPa e a RE não pode ser maior que 0,93, garantindo as pressões de bombeio para o transporte de gás ou petróleo (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2007).

Observa-se que o valor do LE apresentado na Tabela 5 para a condição CR atende ao valor mínimo especificado pela API 5L, ao passo que o LR não satisfaz o mínimo estabelecido. Comparando a condição TT com a CR verificam-se aumentos em torno de 45% para o LE e de 52% para o LR. Isto se deve ao endurecimento promovido pelo aumento da fração volumétrica de microconstituintes duros, os quais atuam como bloqueio ao movimento de discordâncias, aumentando o encruamento da fase dúctil ao longo do processo de deformação (ANAZAWA et al., 2006; SHIN, 2013). O aumento do LR também foi visto por Sant'anna (2006) para altas taxas de resfriamento nos tratamentos intercríticos. Relacionando a NT com a CR, observa-se uma elevação de cerca de 48% para

o LE e 37% de para o LR. Tais valores crescentes ocorrem em função da presença de precipitados de nitretos finamente dispersos na matriz ferrítica da condição NT que, de acordo com Chiaverini (1988), limita o movimento das discordâncias através do reticulado cristalino, promovendo assim um aumento na resistência mecânica. Abdalla et al. (2010), Sirin S. Y., Sirin K. e Kaluc (2013), Shetty, Kumar e Rao (2009) e Zhou et al. (2013) também observaram aumento nos níveis de LE e LR dos aços com nitretação.

A RE do aço na condição CR é 0,84, valor que está de acordo com o recomendado pela API para aplicação de tubos e próximo aos valores de El-Danaf et al. (2013) e Hashemi e Mohammadyani (2012) que encontraram respectivamente 0,85 e 0,89 para o aço API 5L X65, com composição química aproximada ao material em análise. A proximidade da RE para a condição TT possivelmente ocorre em função do encruamento significativo promovido pelo escoamento da matriz tenaz através das fases duras ao longo da deformação plástica (SHIN, 2013). Tal comportamento não foi verificado por Sant'anna (2006), o qual observou uma redução expressiva nos valores de RE para resfriamentos rápidos. Apesar da condição NT ter apresentado o maior valor de RE, este ainda se encontra abaixo de 0,93, evitando o risco de instabilidade plástica durante o serviço.

Sabe-se que na prática, a maior parte dos estudos é conduzida sobre o aço fornecido no seu estado final, com uma determinada estrutura microscópica e cristalográfica (JOOL et al., 2012a). Isto dificulta separar as causas que levam a anisotropia nas propriedades mecânicas do aço, esta que compromete o desempenho dos tubos. A variação encontrada nos resultados possivelmente está associada ao fato da extração dos corpos de prova ter sido de locais diferentes ao longo do tubo, confirmando a anisotropia nas propriedades mecânicas em função do processo de encruamento sofrido durante a conformação.

O alto valor de alongamento exibido pela condição CR pode ser justificado pela estrutura oriunda do processo de fabricação (HILLENBRAND; GRAF; KALWA, 2001). A ductilidade é aceitável na maior parte dos casos, com valores de alongamento total, entre 20 e 33% (HODSON; HICKSON; GIBBS, 1999). Esta alta ductilidade é típica dos aços de baixo teor de carbono e é confirmada pelas investigações de Alhussein et al. (2013) com o X52, por El-Danaf et al. (2013) e Hashemi e Mohammadyani (2012) com o X65. Da mesma forma, a condição TT apresentou significativo alongamento e isto pode ser atribuído à condição menos severa de solitação do material e à presença de fases tenazes. Igualmente, Sant'anna (2006) observou uma baixa variação no alongamento das condições

sob elevada taxa de resfriamento em relação à condição CR. A condição NT exibiu redução drástica no valor do alongamento, em torno de 80%, em relação a CR. Esta diminuição também foi vista por Sirin S. Y., Sirin K. e Kaluc (2008) e Shetty, Kumar e Rao (2009) e pode ser atribuída ao endurecimento da camada pela nitretação.

A Figura 12 apresenta as curvas tensão-deformação das três condições do aço API 5L X56. O escoamento de todos os corpos de prova das condições CR e TT foram contínuos, ou seja, não foi verificado patamar de escoamento. O processamento de laminação controlada promove tensões residuais (CHIAVERINI, 1986) na ferrita, capazes de mover-se sob baixas tensões aplicadas resultando no escoamento contínuo em função das zonas de escoamento preferenciais. Este comportamento também é visto para condição TT e está de acordo com a literatura (ELISEY, 2008), pois, a formação de martensita origina tensões residuais e alta densidade de discordâncias móveis sobre a matriz ferrítica, favorecendo o processo de escoamento, tornando-o contínuo. Para a condição NT que apresentou uma região de escoamento descontínuo, ou seja, um patamar de transição do regime de deformação elástica para plástica, a camada nitretada deve ter possivelmente limitado o movimento das discordâncias, gerando um aumento da dureza superficial e retardamento na deformação para acima do LE, resultando em uma curva com nível descontínuo.

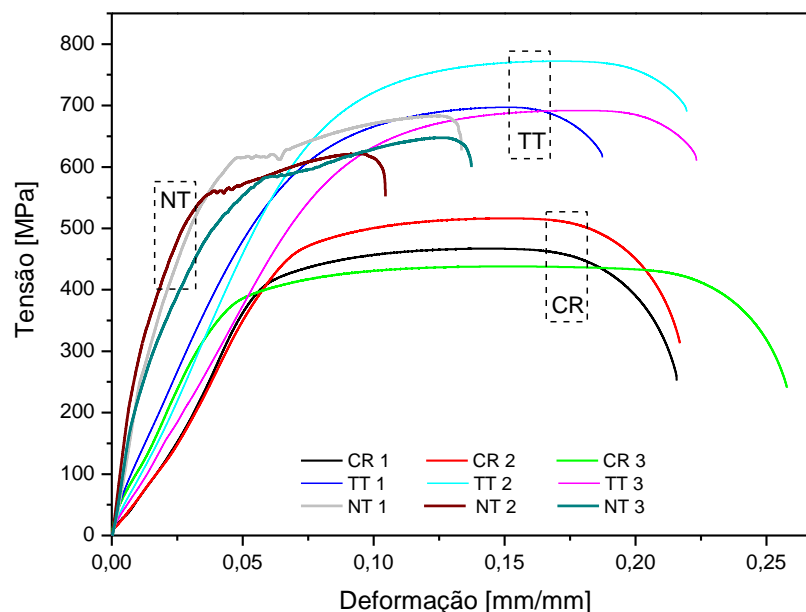


Figura 12 - Curva tensão-deformação obtida a partir dos corpos de prova nas condições CR, TT e NT.

As investigações das superfícies de fratura foram realizadas via MEV utilizando detector de elétrons secundários tanto em baixo aumento (50X) com objetivo de caracterizar macroscopicamente as amostras quanto em maiores com finalidade de analisar os micromecanismos de fratura. O exame fractográfico do corpo de prova de tração CR2 pode ser visto na Figura 13 (a) onde a elipse vermelha apresenta uma microtrinca e a seta amarela indica a ampliação da região, mostrada na Figura 13 (b). Verifica-se uma estricção significativa do corpo, com redução de área de aproximadamente 68%, o que está de acordo com o modo de fratura alveolar apresentado, caracterizado pelo coalescimento de microvididades (*dimples*) distribuídas de forma irregular.

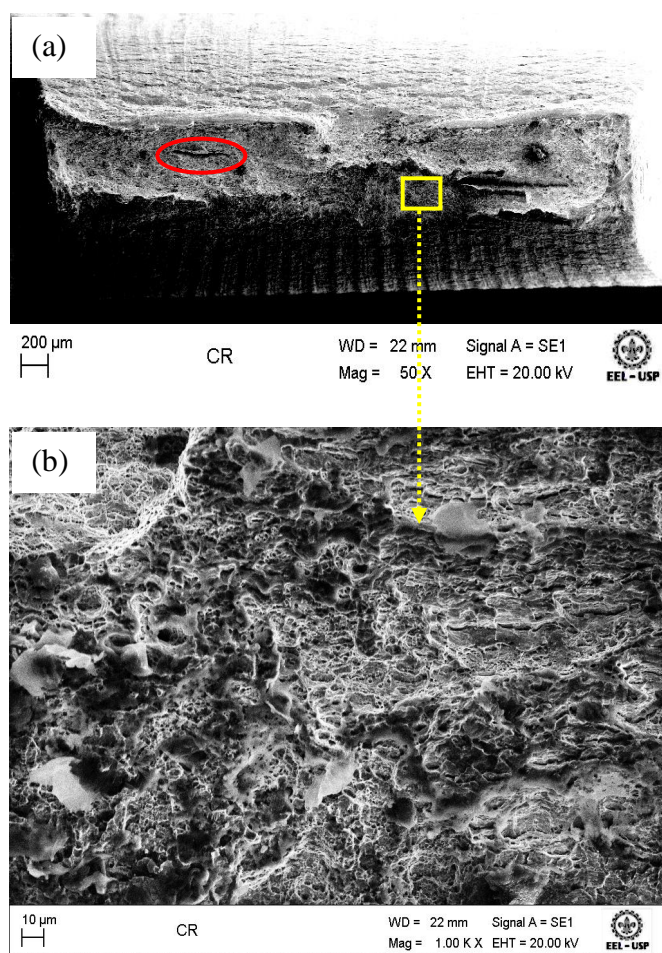


Figura 13 - Fractografias do corpo de prova CR2 com ampliação de (a) 50X e (b) 1000X.

Nas Figuras 14 (a-c) observa-se a superfície de fratura da amostra TT3 de diferentes regiões e ampliações. A Figura 14 (a) mostra que esta condição apresentou menor estricção em relação a CR, em torno de 34%, o que pode ser associado à presença de fases duras. Na Figura 14 (b) verifica-se uma partícula de segunda fase indicada pela seta azul e nota-se

que o mecanismo de fratura desta condição é predominantemente dúctil, caracterizada por inúmeros *dimples*. A ductilidade apresentada se deve basicamente ao ensaio de tração ser realizado em baixa taxa de carregamento, temperatura ambiente e baixa triaxilidade de tensão (HETZBERG, 1995), ou seja, superfície isenta de grandes concentradores de tensão. O processo de desenvolvimento de vazios é controlado por deformação (BATES, 1981), conseqüentemente a presença de fases duras como martensita ou constituinte M-A, indicados pela cruz verde na Figura 14 (c) devem ter limitado esta deformação da matriz dificultando o crescimento acentuado das microcavidades (KWON; ASARO, 1990).

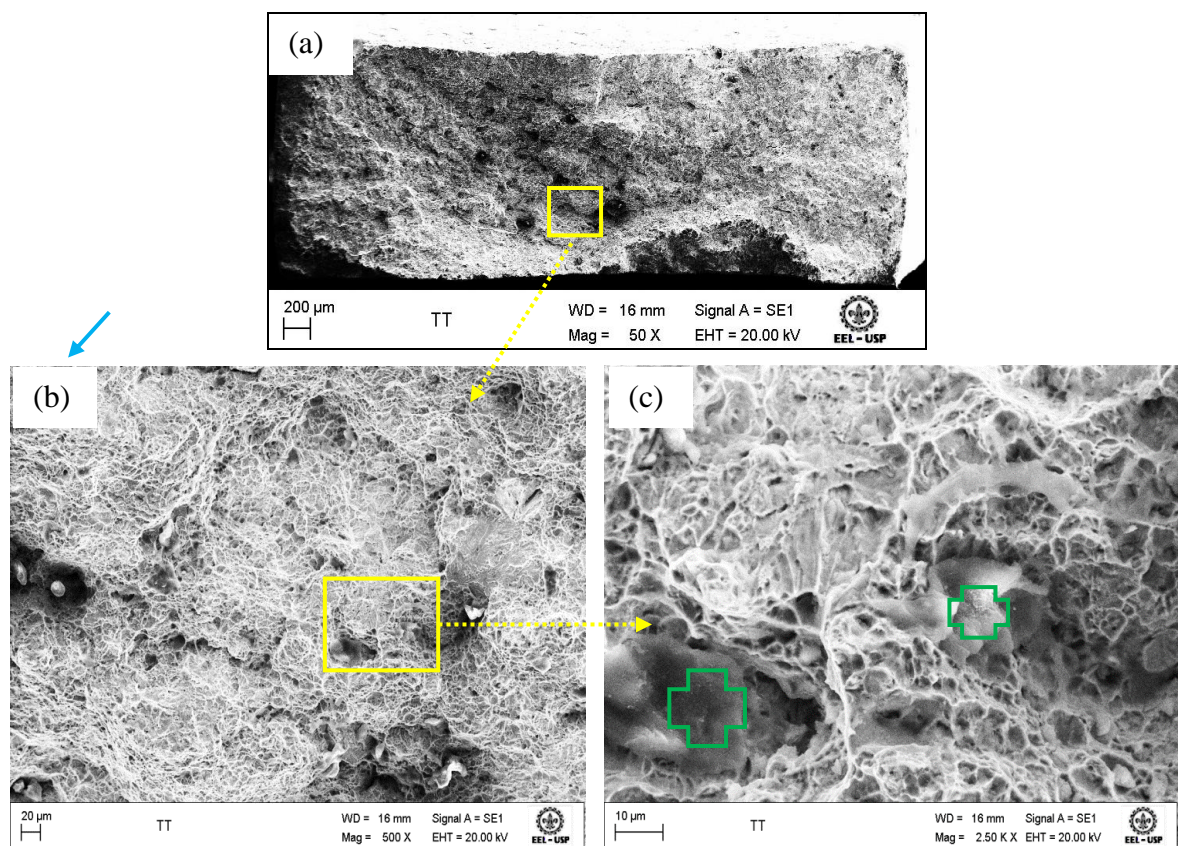


Figura 14 - Fractografias do corpo de prova TT3 com ampliação de (a) 50X, (b) 500X e (c) 2500X.

Na fractografia do corpo NT1 apresentada na Figura 15 (a) verifica-se a baixa estricção exibida por esta condição comparada a CR, cerca de 13%, resultado do endurecimento promovido pela nitretação. A Figura 15 (b) é caracterizada pelo modo de fratura essencialmente frágil, constituído de uma superfície plana, com presença de facetas de clivagem e uma pequena parcela de microcavidades na zona periférica da amostra, talvez devido ao acentuado cisalhamento ocorrido.

Em ambas, são observadas trincas secundárias (elipse vermelha) ao longo da amostra. Segundo Limodin, Verreman e Tarfa (2003), este comportamento é frequentemente observado em testes de metais com tratamento ou revestimento superficial. Quando esforços de tração são aplicados a um corpo tratado superficialmente, tensões de cisalhamento são induzidas na interface entre o revestimento e o substrato. Assim, trincas iniciam numa extremidade livre e à alguma distância a partir desta trinca, com aumento gradual de tensão, a carga é transportada pela camada tão bem como pelo núcleo, até que a resistência da camada seja alcançada e em seguida a do núcleo, resultando a fratura com baixa deformação plástica.

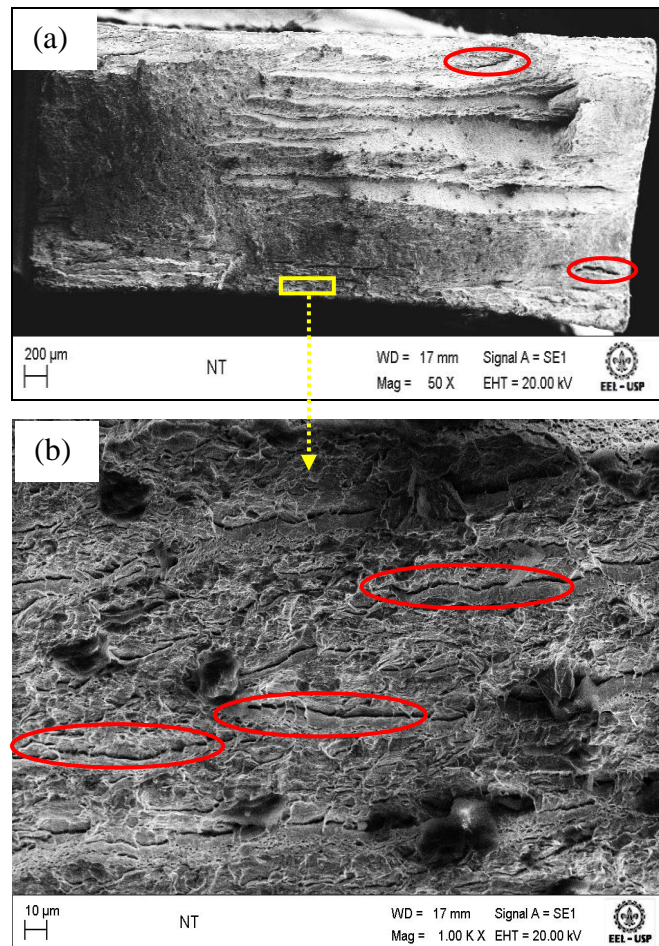


Figura 15 - Fractografias do corpo de prova NT1 com ampliação de (a) 50X e (b) 1000X.

4.3.3. Ensaio de Impacto Charpy “V”

A Figura 16 mostra os resultados de absorção de energia das amostras de cada condição estudada. Os critérios da norma API 5L prevêm que corpos de prova com seção

10×10 mm e entalhe em V de 2 mm submetidos a ensaios de impacto Charpy a 0°C devem apresentar uma energia mínima de 41 Joules. As energias médias encontradas para a condição CR e NT, apresentaram-se superiores a este valor, atendendo ao especificado pela norma, ao passo que a condição TT foi inferior, mostrando a alta fragilidade proporcionada pelo tratamento térmico.

Analisando as curvas obtidas no ensaio de impacto verifica-se que os tratamentos empregados no aço API 5L X56 influenciaram a energia absorvida em relação à condição CR. É visto maiores valores de energia absorvida para 40°C e à medida que decresce a temperatura têm-se menores níveis absorção, comportamento que está de acordo com a literatura (DIETER, 1988; GARCIA; SPIM; SANTOS, 2008; ZONG; ZHU; MAO, 2013).

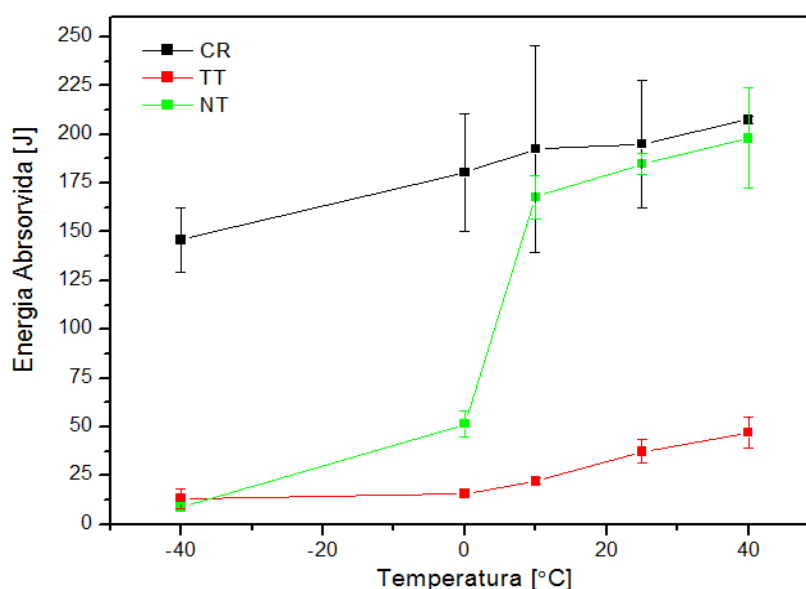


Figura 16 - Energia absorvida x temperatura do aço API 5L X56 nas condições CR, TT e NT.

A condição CR apresentou maior absorção de energia que as outras duas condições em todas as temperaturas, justificada pela estrutura refinada de grãos ferríticos através da laminação controlada (HILLENBRAND; GRAF; KALWA, 2001). SHIN (2013) verificou valor próximo ao encontrado na temperatura de 25°C para o aço X80. A condição TT apresentou uma tenacidade relativamente elevada para o ensaio de tração (seção 4.3.2) e a menor para o ensaio de impacto em função da combinação da alta taxa de carregamento com triaxialidade promovida pelo entalhe. E, segundo Gorni (2008), esta prática também se deve ao mecanismo de endurecimento promovido pelo tratamento térmico tender a degradar determinadas propriedades mecânicas sob altas velocidades de deformação.

A condição NT exibiu valores de energia absorvida próximos à condição CR para temperaturas mais elevadas e isto pode ser associado à característica da nitretação manter as propriedades do núcleo, conforme já discutido. Entretanto, com a diminuição da temperatura, é visto um comportamento distinto às outras duas condições, conhecido por transição dúctil-frágil, abaixo do qual o material apresenta uma proximidade à condição TT. Estima-se que a temperatura de transição no material NT ocorre em torno de 5°C com energia média de 103,3 J. Segundo Caldeira (2006), a presença de átomos de nitrogênio em solução sólida intersticial tem efeito deletério na tenacidade através do aumento da temperatura de transição dúctil-frágil no ensaio de impacto. A tendência da curva de impacto Charpy apresentado por Hashemi e Mohammadyani (2012) para o aço X65 no intervalo de 40-10°C é semelhante a da condição CR, logo, conclui-se que neste caso a transição dúctil-frágil deve ocorrer em temperaturas ainda menores, uma vez que estes aços de tubulações são projetados para que a fratura frágil só ocorra em temperaturas extremamente baixas (SHIN, 2013). Joo et al. (2012b) verificou que a transição do X80 ocorre entre -60 e -80°C, Fernandes (2011) notou também para o X80, que a transição se dá em torno de -80°C e Haskell (2013) observou que a transição acontece na faixa de -38 a -57°C para o X70.

Foram obtidas as imagens da superfície fraturada durante o ensaio de impacto Charpy com auxílio do MEV para as amostras com maior e menor absorção de energia. As Figuras 17 (a) e (b) mostram as superfícies de fratura do corpo de prova CR3, a 40°C, que absorveu 209 J de energia no ensaio de Charpy. Na Figura 17 (a) são observadas marcas radiais curtas e largas em função dos grãos alongados, aspecto também visto por SHIN (2013). Na Figura 17 (b) tem-se a ampliação da região indicada, a qual apresenta o rasgamento dúctil, em que o micromecanismo de fratura ocorre por nucleação e coalescência de microcavidades (*dimples*) de vários tamanhos e distribuições irregulares. De acordo com Haskell (2013) este processo requer extensiva deformação plástica o que justifica a grande quantidade de energia observada para a condição CR.

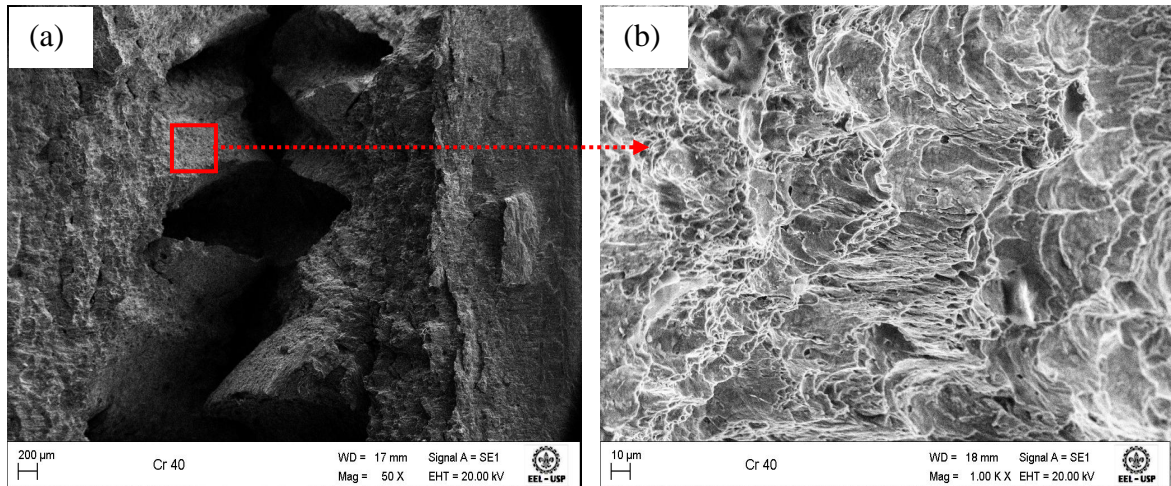


Figura 17 - Fractografias da amostra CR3 à 40°C mostrando (a) a região de delaminação com aumento de 50X e (b) o modo de fratura dúctil com aumento de 1000X.

As Figuras 18 (a) e (b) exibem o aspecto de fratura da amostra CR1 a -40°C, com absorção de 163 J. Na Figura 18 (a) observa-se a existência de delaminação do tipo divisória, com maior profundidade, paralela à direção de propagação de fratura e perpendicular ao entalhe, comportamento que está de acordo com os dados de Haskell (2013) e pode ser atribuído à tendência a fratura frágil devido à diminuição da temperatura. De acordo com a norma ASTM E23, se a amostra de impacto fraturada não se separar em duas partes, é necessário que seja relatado. Para esta condição tanto para a faixa de temperatura superior quanto inferior os corpos de prova não se romperam por completo. A Figura 18 (b) mostra o interior da delaminação com suas microdelaminações (seta azul) e que esta condição ainda exibe o comportamento dúctil mesmo com a variação da temperatura.

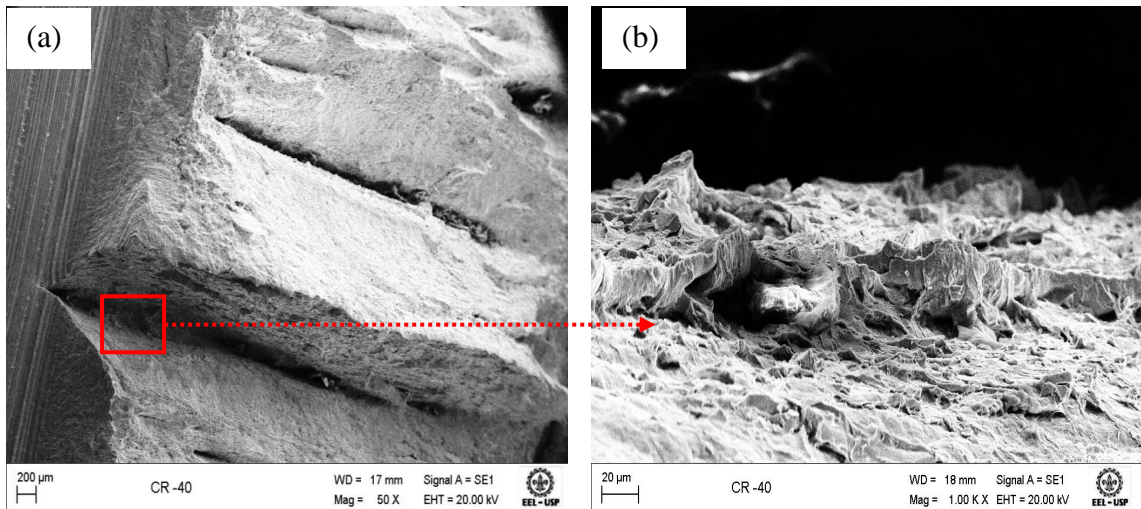


Figura 18 - Fractografias da amostra CR1 à - 40°C mostrando (a) a região de delaminação com aumento de 50X e (b) o modo de fratura dúctil com aumento de 1000X.

As Figuras 19 (a) e (b) apresentam respectivamente as superfícies de fratura do corpo TT3 a 40°C, que absorveu 38J de energia de impacto e do TT1 a -40°C que absorveu 19J.

Na Figura 19 (a) observa-se uma mistura de micromecanismos de ruptura, apresentando simultaneamente, fratura alveolar e superfícies multifacetadas, ou seja, planos de clivagem. Na Figura 19 (b) tem-se o modo de fratura por clivagem, que segundo Anderson (1994), consiste na separação abrupta de planos atômicos através do corpo de prova, sendo caracterizada por facetas planas. Em termos macroscópicos, pode-se perceber que sob altas velocidades de deformação, as amostras desta condição apresentaram baixa tenacidade acompanhada de baixa deformabilidade e ainda, que todas as amostras se romperam na faixa de temperatura estudada.

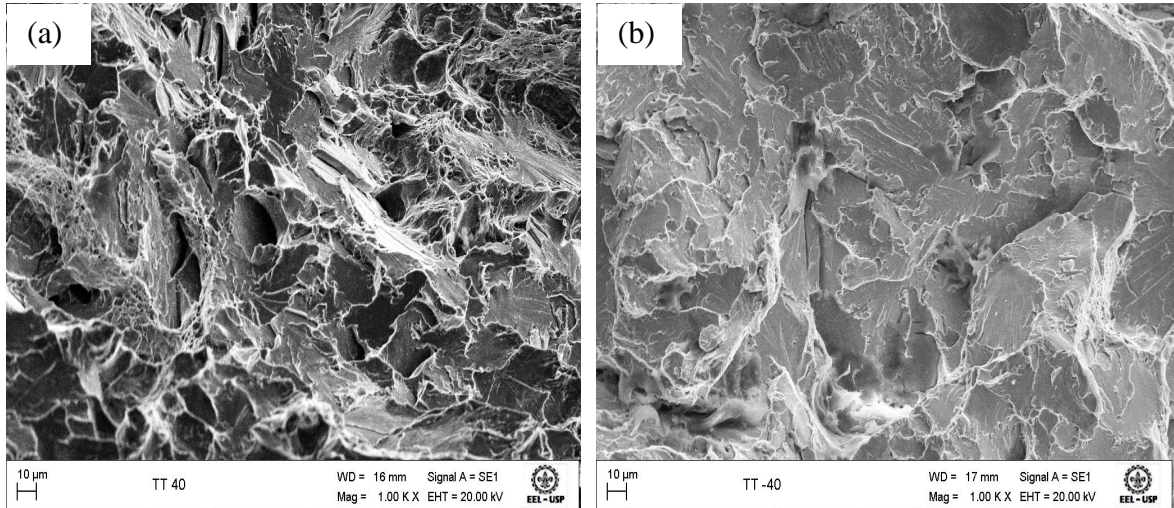


Figura 19 - Fractografias da amostra com aumento de 1000X (a) TT3 à 40°C com modo de fratura mista e (b) TT1 à - 40°C com modo de fratura frágil.

Nas Figuras 20 (a) e (b) notam-se as fractografias do corpo de prova NT3, a 40°C com absorção de 188 J de energia. A Figura 20 (a) mostra a presença de delaminação do tipo confinada, a qual forma-se perpendicularmente a direção de propagação da fratura e paralela ao entalhe, mecanismo também visto por Haskell (2013). Na Figura 20 (b) observa-se o micromecanismo de fratura é do tipo dúctil, com ampla formação de alvéolos, assim como na condição CR, comprovando a alta absorção de energia registrada.

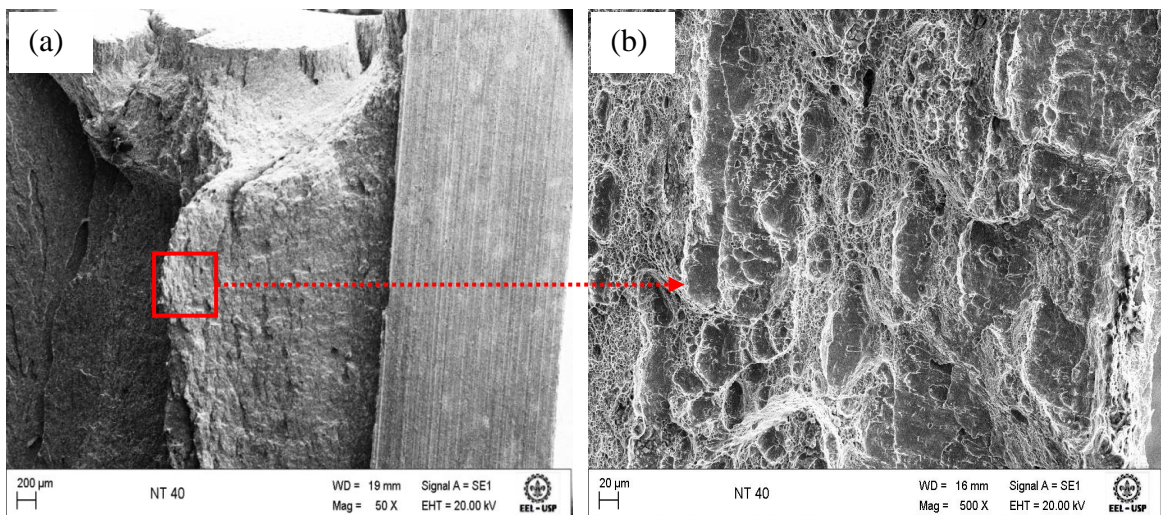


Figura 20 - Fractografias da amostra na condição NT3 à 40°C mostrando (a) a região de delaminação com aumento de 50X e (b) o modo de fratura dúctil em diferentes regiões com aumento de 500X.

Na Figura 21 é apresentada a superfície de fratura da amostra NT1 a -40°C, que absorveu 7 J. O mecanismo de fratura é frágil, composto exclusivamente por facetas de clivagem, confirmando que o tratamento termoquímico promoveu uma redução na

absorção de energia do material em baixas temperaturas devido à presença nitrogênio atômico na superfície (CALDEIRA, 2006), conforme já discutido. Ao contrário da amostra em temperaturas superiores, a -40°C , esta condição se rompeu completamente a 45° .

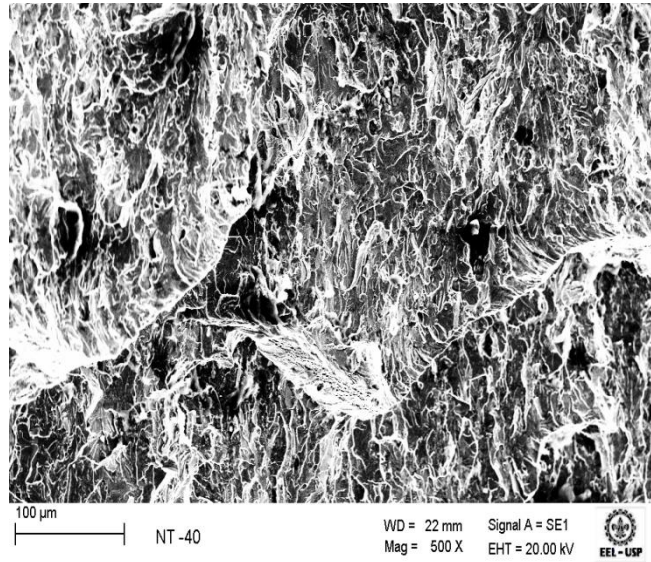


Figura 21 - Fractografia da amostra na condição NT1 à -40°C com modo de fratura frágil e aumento de 500X.

4.3.4. Ensaio de Fadiga Axial

Os ensaios de fadiga axial foram realizados nos corpos de prova padronizados e com acabamento superficial de acordo com a norma ASTM E 466. A Tabela 6 apresenta os perfis de rugosidade baseado no desvio médio aritmético (R_a) para as amostras nas três condições utilizadas nos testes de fadiga. Observa-se que os valores são baixos, contudo, a condição NT é a que apresenta maior rugosidade e isto se deve a formação da camada nitretada.

Tabela 6 - Rugosidade superficial dos corpos de prova nas condições CR, TT e NT para ensaios de fadiga.

| Condição | CR | TT | NT |
|-------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| R_a [μm] | $0,12 \pm 0,01$ | $0,21 \pm 0,02$ | $1,21 \pm 0,09$ |

Os resultados experimentais dos ensaios de fadiga das amostras nas condições estudadas são apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Resultados experimentais dos ensaios de fadiga realizados em corpos de prova nas três condições.

| Condição CR | | Condição TT | | Condição NT | |
|------------------|-----------------|------------------|-----------------|------------------|-----------------|
| Vida (ciclos) | Tensão [MPa] | Vida (ciclos) | Tensão [MPa] | Vida (ciclos) | Tensão [MPa] |
| 210 | 600 | 30.675 | 700 | 76525 | 570 |
| 300 | 580 | 57.835 | 700 | 69667 | 570 |
| 162224 | 560 | 94.089 | 670 | 94960 | 560 |
| 517 | 560 | 110.775 | 670 | 1606367 | 560* |
| 99004 | 560 | 137.369 | 640 | 167621 | 540 |
| 133336 | 550 | 1.612.052 | 640* | 109715 | 540 |
| 148555 | 550 | 732.175 | 600 | 1640628 | 535* |
| 305853 | 540 | 1.404.179 | 600 | 461712 | 530 |
| 1799352 | 540 * | 1.677.804 | 600* | 1638841 | 530* |
| 279322 | 540 | 1.678.588 | 580* | 1624801 | 530* |
| 1651529 | 530 * | 1.813.249 | 580* | 1664120 | 520* |
| 1659921 | 530 * | 1.766.641 | 550* | | |
| 1625284 | 470 * | | | | |
| 2142436 | 320 * | | | | * vida infinita |

A partir da análise das curvas S-N das três condições mostradas nas Figuras 22 (a-c) e Figura 23, observar-se que para nenhuma condição foi possível determinar o limite de fadiga, uma vez que os testes foram interrompidos para amostras que não falharam (indicadas por * na Tabela 7) antes de 10^7 ciclos, o usual para se definir este limite para materiais ferrosos (CALLISTER, 2008; YEH; CHIU; CHANG, 2011; ZHOU et al., 2013).

Em geral, o espalhamento observado nos pontos experimentais dos ensaios de fadiga não se deve ao desajuste do equipamento ou à técnica deficiente aplicada ao teste, mas à anisotropia das propriedades mecânicas do aço, já discutida anteriormente.

Sabe-se que a resistência à fadiga pode ser aumentada reduzindo-se a ductilidade, evitando assim, a formação de bandas de escorregamento persistentes (HERTZBERG, 1995). Este comportamento foi confirmado com o emprego dos tratamentos térmico e termoquímico, sendo o primeiro superior.

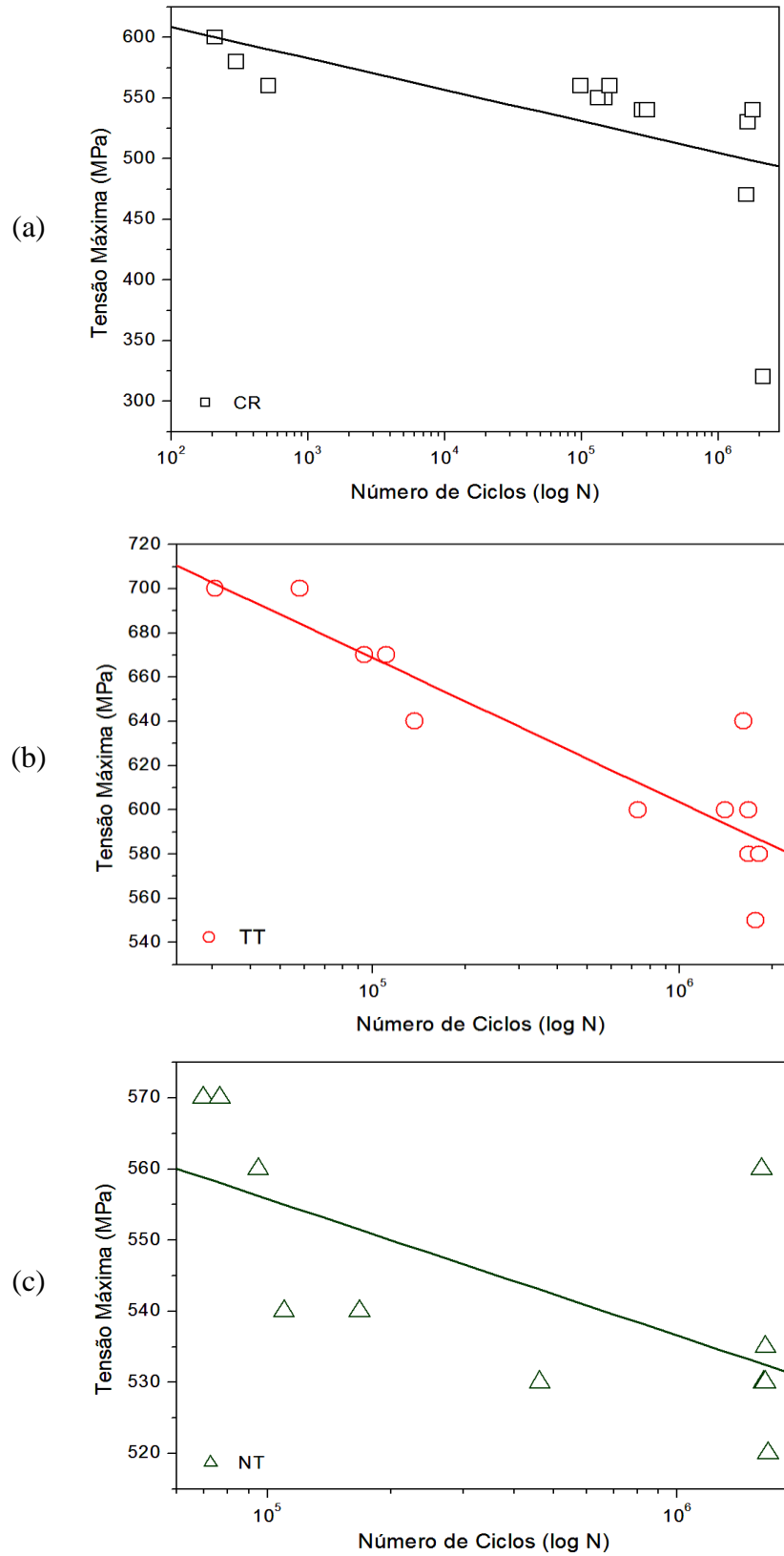


Figura 22 - Curvas S-N para as condições (a) CR, (b) TT e (c) NT.

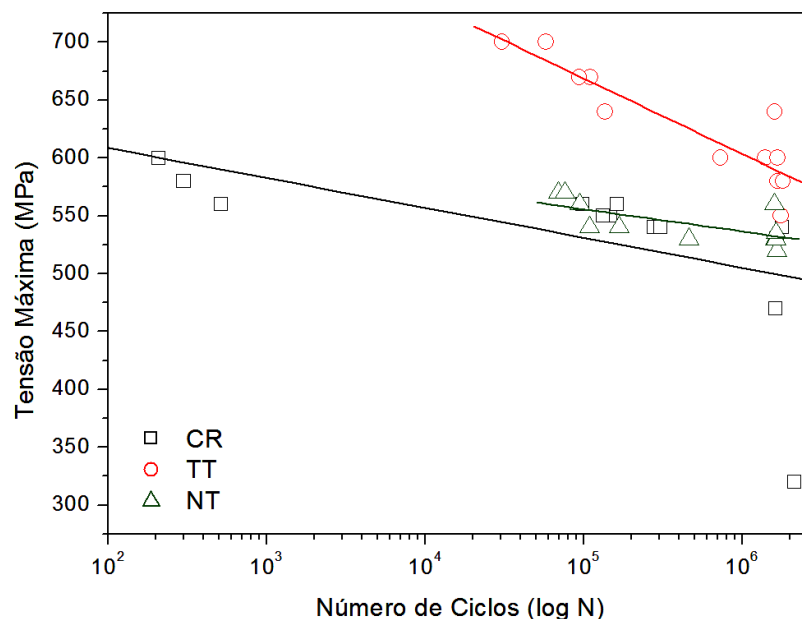


Figura 23: Curvas S-N para as condições (a) CR, (b) TT e (c) NT.

A condição TT obteve uma significativa melhora em relação a condição CR devido ao endurecimento gerado pela estrutura martensítica e à eliminação do bandeamento, que segundo Yiming, Weins e Dhir (1993) pode trazer um aumento na resistência à fadiga, uma vez que microestrutura bandeada gera anisotropia nas propriedades mecânicas originando efeito deletério na fadiga (GRANGE, 1971).

Comparando a condição NT com a CR, o beneficiamento em fadiga pode ser atribuído ao endurecimento superficial e à introdução de tensões residuais compressivas que retarda a iniciação da trinca devido a redução das tensões de tração que ocorrem no núcleo do material. Este mecanismo também foi observado por Limodin, Verreman e Tarfa (2003), Shetty, Kumar e Rao (2009), Sirin S. Y., Sirin K. e Kaluc (2013), Yeh, Chiu e Chang (2011) e Zhou et al. (2013).

Foram obtidas as imagens da região fraturada por fadiga das três condições estudadas com auxílio do MEV. A condição CR apresentou dois comportamentos de fratura distintos para os níveis de tensões aplicados. Nas Figuras 24 (a-c) observa-se o primeiro modo para uma amostra solicitada por 560 MPa de tensão. A Figura 24 (a) mostra que esta assemelha-se ao modo de fratura de carga estática em função do seu aspecto. As regiões indicadas em amarelo exibem a presença de diferentes sítios de nucleação de trincas na superfície da amostra com regiões de propagação muito pequenas justificadas pelos poucos ciclos suportados. Estas regiões são mostradas pelas elipses vermelhas nas Figuras 24 (b) e (c), as

quais apresentam o modo dúctil de fratura confirmado pela grande redução de área do corpo de prova, em torno de 84%.

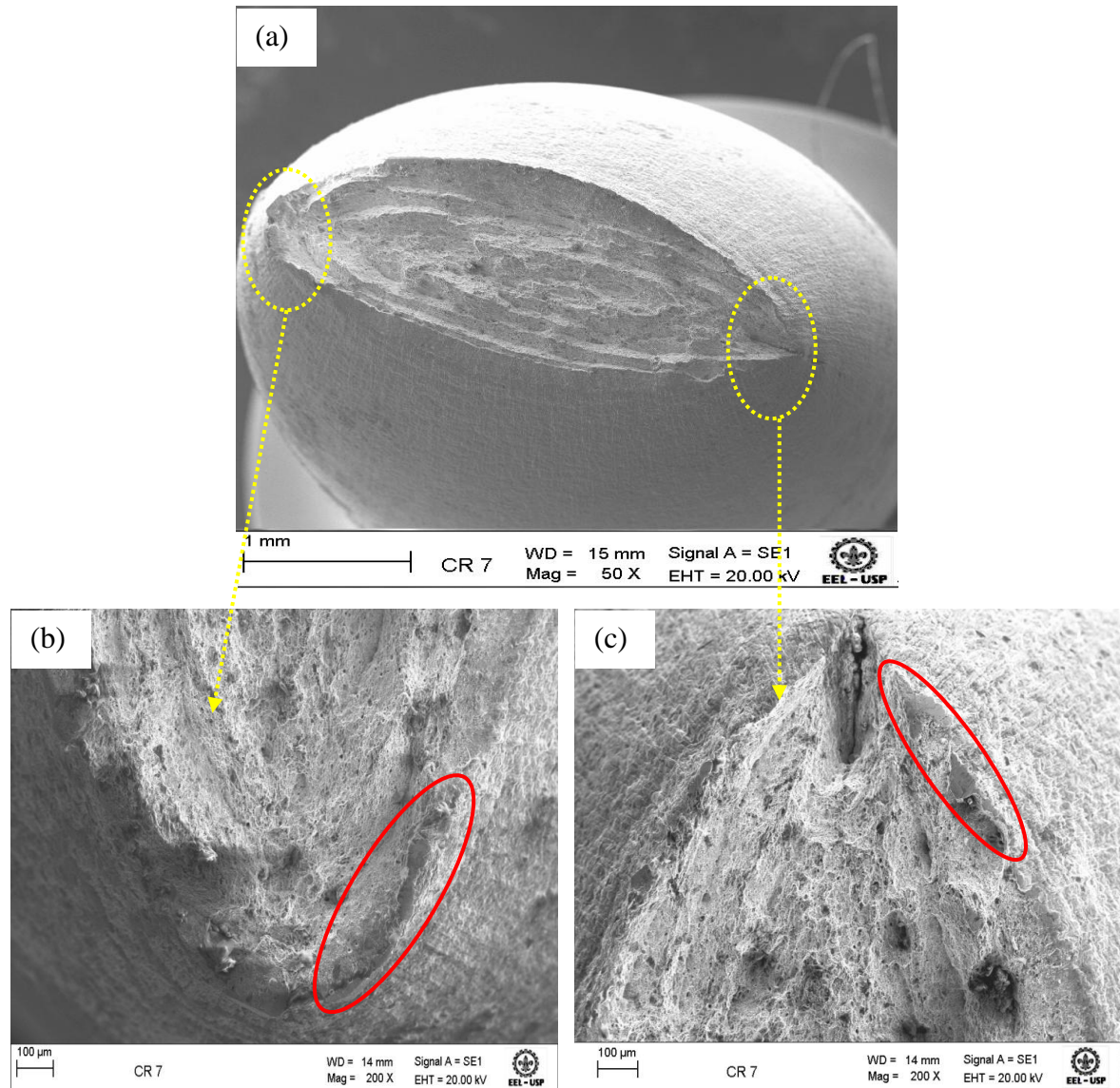


Figura 24 - Fractografias (a) da superfície de fratura da condição CR e (b-c) de diferentes regiões de nucleação na superfície com ampliação de 200X.

Na Figura 25 (a-b), também para tensão de 560 MPa, tem-se o segundo aspecto de ruptura para a condição CR. A Figura 25 (a) exhibe as áreas características do ensaio de fadiga, com nucleação a partir da superfície da amostra, região de propagação e fratura, como descritos abaixo. A Figura 25 (b) mostra que a fratura do aço na condição CR é de caráter dúctil, em que o micromecanismo de fratura ocorre através da nucleação e coalescência de microcavidades, *dimples*.

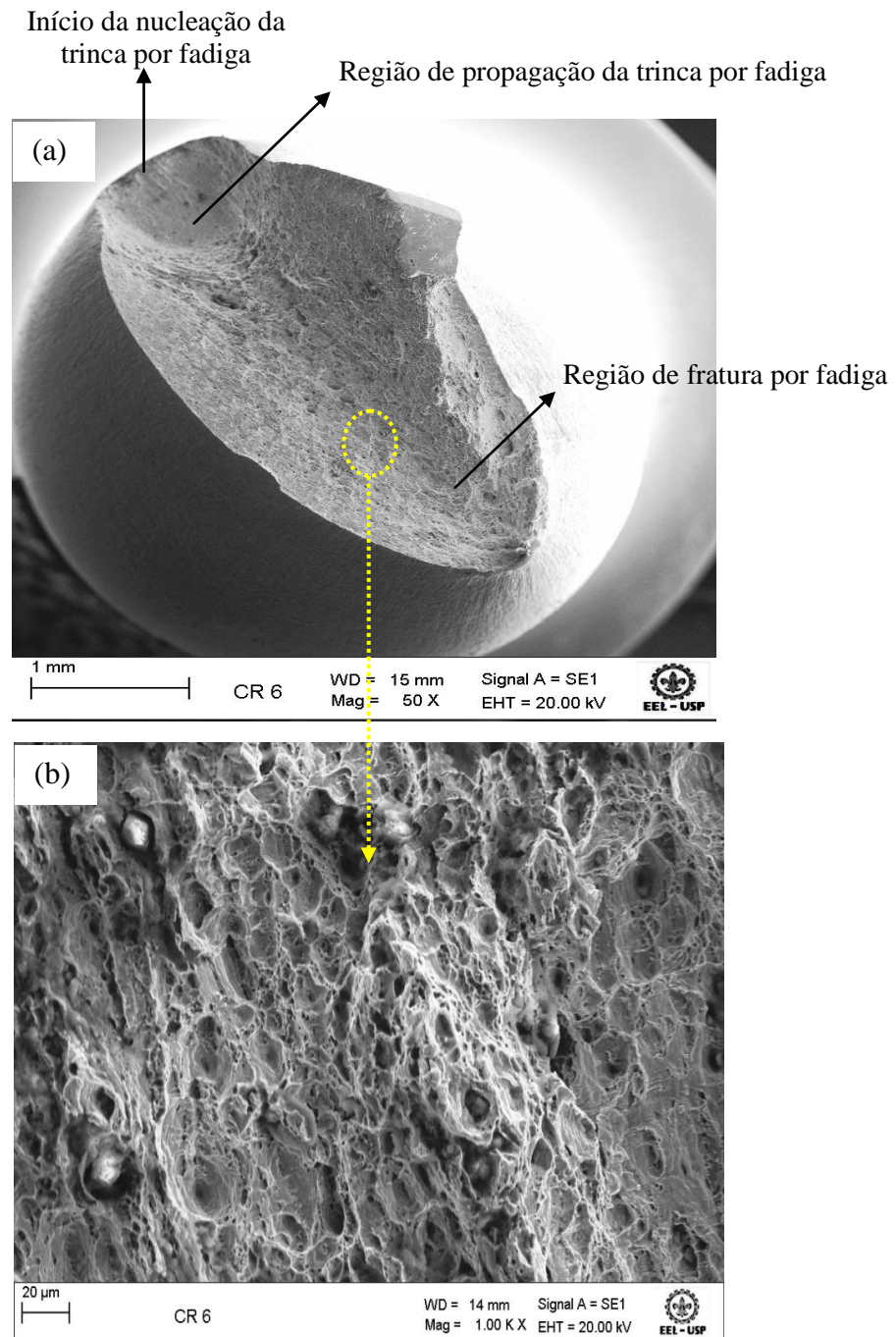


Figura 25 - Fratura da condição CR mostrando (a) as regiões de nucleação, propagação e ruptura por fadiga e (b) o modo de ruptura dúctil da amostra.

As Figuras 26 (a-c) referem-se aos aspectos de fratura do corpo de prova da condição TT solicitada com nível de tensão de 600 MPa. Na Figura 26 (a) observa-se que a fratura originou-se a partir da superfície da amostra e apresenta região de propagação e fratura. Na Figura 26 (b) verifica-se que a ruptura é de caráter misto, definida por numerosos alvéolos

devido à presença da matriz ferrítica e bainítica (fases tenazes) e por regiões fraturadas por clivagem em função da fase martensítica (fase dura). A Figura 26 (c) mostra uma microtrinca dispersa ao longo das pequenas estrias de fadiga. Este comportamento também foi observado para os outros níveis de tensão desta condição.

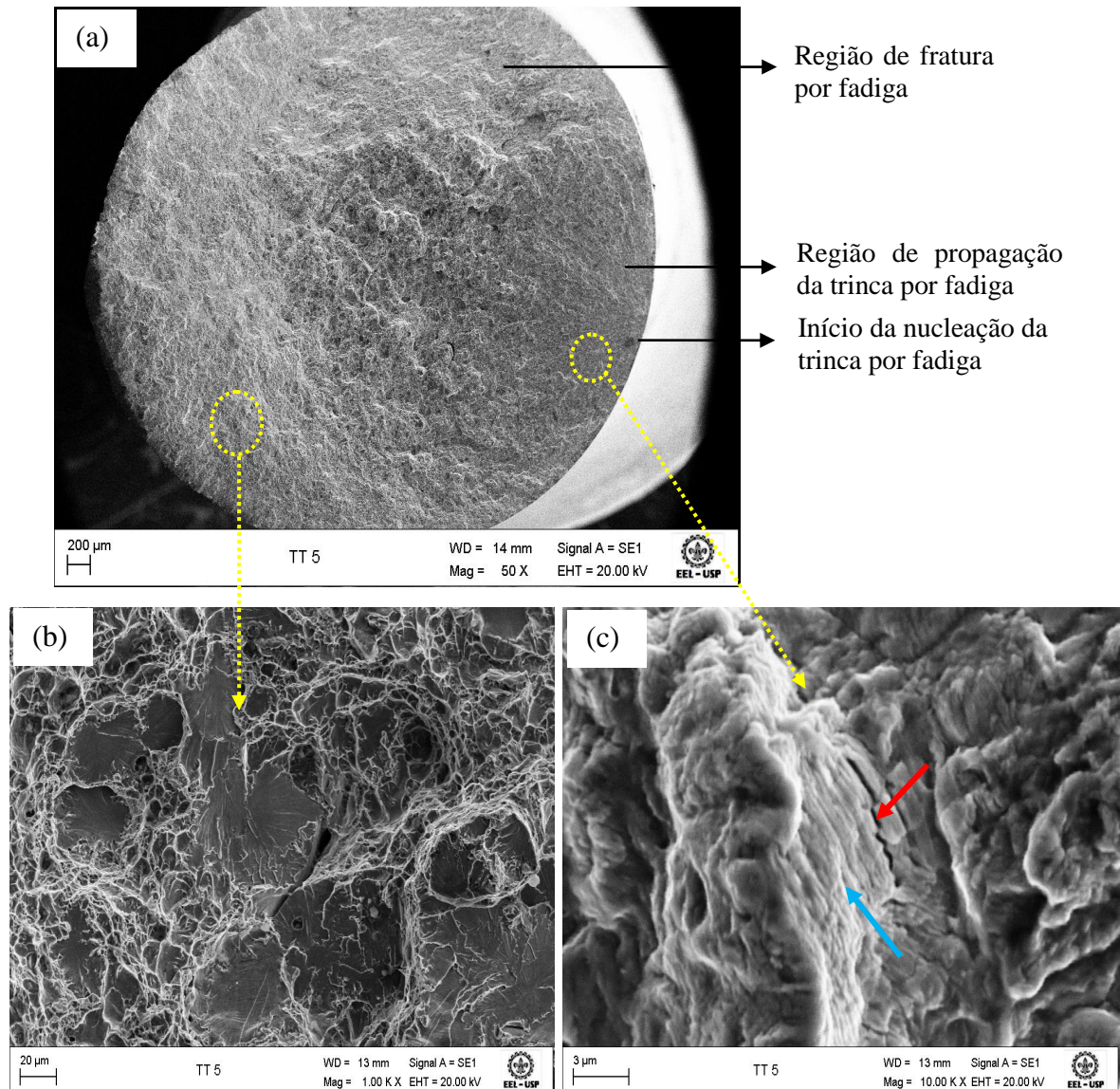


Figura 26 - Fratura da condição TT mostrando (a) as regiões de nucleação, propagação e ruptura por fadiga, (b) o modo de ruptura mista da amostra e (c) a região da amostra com estrias.

As Figuras 27 (a-c) referem-se às superfícies de fratura do corpo de prova da condição NT solicitada com nível de tensão de 560 MPa. Na Figura 27 (a) observa-se que a trinca iniciou na superfície e em diferentes pontos, ao contrário do que foi visto por Limodin, Verreman e Tarfa (2003), Sirin S. Y., Sirin K. e Kaluc (2013), Yeh, Chiu e

Chang (2011) e Zhou et al., (2013). Sabe-se que o comportamento sob fadiga em metais é sensível à sua microestrutura e acabamentos superficiais (HERTZBERG, 1995), logo o comportamento apresentando por esta condição pode ser associado à maior rugosidade superficial promovida pela camada nitretada, conforme mostra a Tabela 6, pois, segundo Loeb et al. (2013) e Sirin S. Y., Sirin K. e Kaluc (2013) a rugosidade da superfície atua como concentrador de tensão reduzindo a resistência à fadiga. As Figuras 27 (a) e (c) mostram as microestrias vistas na região de propagação ampliadas pelas marcações amarelas com aspecto de fratura frágil.

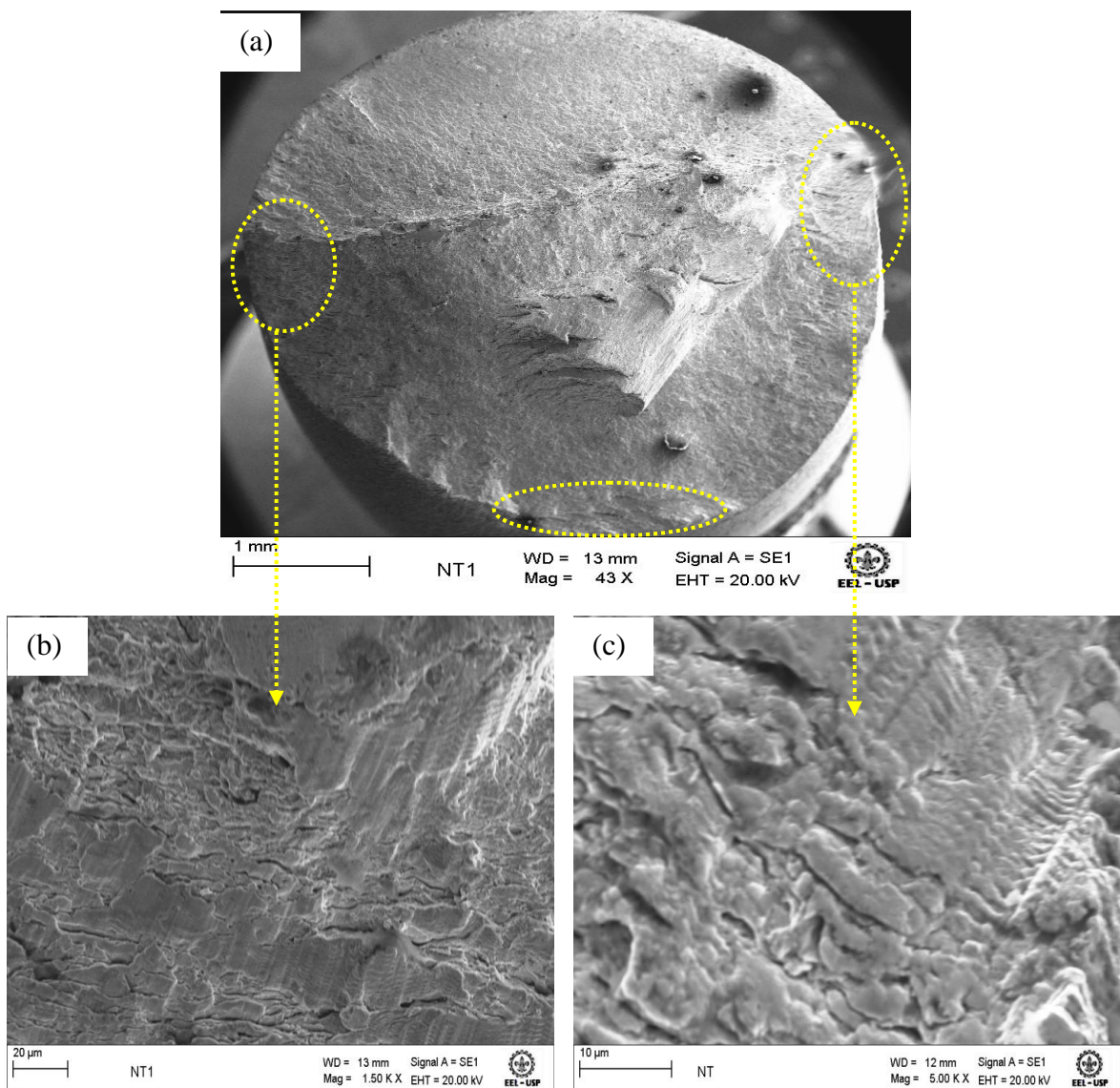


Figura 27 - Fractografias da (a) superfície de fratura da condição NT, (b) região de propagação com as estrias e aumento de 1500X e (c) outra região de nucleação na superfície com estrias e ampliação de 5000 X.

5 CONCLUSÕES

- As condições CR e NT apresentaram a mesma microestrutura (bandeamento de ferrita e perlita) e elevada fração volumétrica de ferrita, enquanto que a condição TT exibiu ferrita, bainita, martensita, constituinte MA e menor fração volumétrica de ferrita;
- A camada nitretada possui profundidade de 25 μm , dureza de 500 HV e presença dos nitretos Fe_3N e Fe_4N ;
- Os tratamentos promoveram aumento nos valores de microdureza, limites de escoamento e tração juntamente com diminuição no alongamento e redução de área, principalmente para a condição NT;
- As fractografias do ensaio de tração mostraram fratura completamente dúctil para as condições CR e TT e essencialmente frágil para a condição NT.
- No ensaio de impacto verificou-se que a condição CR apresentou maior capacidade de absorver energia, seguida pela condição NT que apresentou transição dúctil-frágil na faixa de temperatura estudada e por último, a condição TT, de extrema fragilidade;
- Nas análises das superfícies de fratura das amostras de impacto em temperatura elevada as condições CR e NT apresentaram mecanismo de fratura alveolar e a condição TT fratura mista. Em baixa temperatura, a condição CR também exibiu fratura dúctil ao passo que as demais revelaram apenas facetas de clivagem;
- Nas curvas S-N observou-se uma dispersão nos dados e um melhoramento na resistência à fadiga com o emprego dos tratamentos térmico e termoquímico, sendo que o primeiro apresentou maior resistência à fadiga e
- Em fadiga as trincas nuclearam a partir da superfície, a condição CR apresentou modo de fratura dúctil, enquanto que no material TT notou-se ruptura mista e no NT observou-se uma fratura essencialmente frágil.

REFERÊNCIAS

ABDALLA, A. J. et al. Fatigue Life Changing in Rolled Carbon Steel after Plasma Thermochemical Treatments. **Procedia Engineering**, v. 2, p. 1653-1661, 2010.

AGOSTINHO, O. L.; RODRIGUES; A. C. S.; LIRANI, J. **Tolerâncias, Ajustes, Desvios e Análise de Dimensões**, 1977. 312 p.

ALBUQUERQUE, S. F. et al. Estudo do Comportamento do Aço API 5L X80 quando submetido à Soldagem por Processo Automatizado. **Soldagem & Inspeção**, v.17, p.137-146, 2012.

ALHUSSEIN, A. et al. Static, dynamic and fatigue characteristics of the pipeline API 5L X52 steel after sandblasting. **Engineering Failure Analysis**, v. 27, p. 1–15, 2013.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS ASTM E23: Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, West Conshohocken, PA, 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS ASTM E466 – 07, “Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials”.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS ASTM E562, “Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count”.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS ASTM E 8M, “Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials”. Philadelphia, 1995. 19 p.

AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **Specification 5L: Specification for Line Pipe**, Washington, 2007.

ANAZAWA, R. M. et al. Efeito dos tratamentos intercrítico e isotérmico sobre as propriedades mecânicas e a microestrutura no aço 300N. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v. 25, p. 93-97, 2006.

ANDERSON, T. L. **Fracture Mechanics – Fundamentals and applications**. 2nd ed. New York: CRC, 1994. p. 282-299.

ARAI, T. et al. **Heat Treating**. In: ASM Handbook, v. 4, 1991. p. 923-943.

BAI, Y. Pipelines and Risers. **Elsevier**, 2001. p. 353-380.

BATES, R. C. Mechanics and Mechanisms of fracture. **American Societ of AIME**, p. 551-570, 1981.

BATISTA, G. Z. **Curvamento por Indução de Tubo da Classe API 5L X80**. 2005. 122 f. Dissertação (Mestrado). Pontifícia Universidade Católica, Rio de Janeiro, 2005.

BELTRÃO, M. A. N. **Propagação de Trincas de Fadiga em Juntas Soldadas Longitudinais de Aço para Dutos da Classe API 5L X-70**. 2005. 106 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

BERBERICH, F. et al. Structural Characterization of Hardening of Ti-Al-V Aloys after nitriding by Plasma Immersion Ion Implantation. **Applied Surface Science**, v. 179, p. 13-19, 2001.

CALDEIRA, E. A. **Processamento de um Aço ARBL no Laminador de Tiras a Quente da CST visando atender a Norma API 5L, Grau X70**. 2006. 83 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

CALLISTER, W. **Ciência e engenharia dos materiais: uma Introdução**. 7. ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2008. 705 p.

CARDOSO, P. A. S. L. **Influência dos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento no processo de nitretação em banho de sais no aço rápido AISI M-2**. 1999. 89 f. Dissertação (Mestrado). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 1999.

CEGLIAS, R. B. **Análise de tensão residual em tubo de aço API 5L X70**. 2012. 110 f. Dissertação (Mestrado). Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2012.

COLPAERT, H. **Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns**. 4. ed. São Paulo: Edgard Blucher, 2008. 652 p.

CORRÊA, M. B. **Avaliação da resistência à corrosão-fadiga do aço API 5L X60 em ambiente pressurizado contendo CO₂**. 2010. 65 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2010.

CORREA, C. A.; YAMAKAWA, R. S.; HAGE JR., E. Determinação de temperatura de transição dúctil-frágil de plásticos através de testes de impacto instrumentado. **Polímeros**, v. 9, p. 76-84, 1999.

CHAKRABORTI, P. C.; MITRA, M. K. Microstructure and tensile properties of high strength duplex ferrite - martensite (DFM) steels. **Materials Science and Engineering A**, v.466, p. 123-133, 2007.

CHIAVERINI, V. **Aços e Ferros Fundidos**. 6. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 1988.

CHIAVERINI, V. **Tecnologia Mecânica - Materiais de Construção Mecânica**. 2. ed. São Paulo: McGraw-Hill, 1986, v. 2.

DIETER, G. E. **Mechanical metallurgy**. 3rd ed. Boston: McGraw-Hill, 1988.

DOWLING, N. E. **Mechanical Behavior of Materials**. Engineering methods for deformation, fracture, and fatigue. 3rd ed. New Jersey: Person Prentice Hall, 1999.

DUNCAN, A. J. et al. J-integral fracture toughness testing and correlation to the microstructure of A285 steel for fracture analysis of storage tanks. **American Society of Mechanical Engineers**, v. 413, p. 143-150, 2000.

EL-DANAF, E. et al. Mechanical, microstructure and texture characterization of API X65 steel. **Materials and Design**, v. 47, p. 529–538, 2013.

ELISEI, C. C. A. **Caracterização Mecânica e Microestrutural de um Aço de Baixo Carbono**. 2008. 188 f. Tese (Doutorado). Faculdade de Engenharia da Universidade Estadual Paulista, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Guaratinguetá, 2008.

FERNANDES, P. E. A. **Avaliação da Tenacidade à Zona Afetada Pelo Calor do Aço API 5L X80 Soldado pelo Processo SMAW e FCAW**. 2011. 110 f. Tese (Doutorado). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

FERRO, A. P. A.; GAMA, J. L. L. Modificações microestruturais no aço API 5L GRAU X-80. In: Congresso Norte Nordeste de Pesquisa e Inovação, 7., 2012, Palmas TO.

FIGUEIREDO, A. M. G. **Caracterização da fadiga mecânica de baixo ciclo em ligas superelásticas de NiTi**. 2006. 210 f. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006.

GARCIA, A., SPIM, J. A., SANTOS, C. A. **Ensaio dos Materiais**. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2008. 247 p.

GAVRILJUK, V. G. Nitrogen in iron and steel. **ISIJ International**, v. 36, p. 738-745, 1996.

GODOY, J. M. **Estudo da Ocorrência de Trinca por Fadiga em Tubos de Aço Soldados, devido ao Transporte**. 2008. 132 f. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia da Universidade Estadual Paulista, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Guaratinguetá, 2008.

GORNI, A. A. et al. Fatores que influenciam a razão elástica de chapas grossas de aço microligado. In: Seminário de Laminação - Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 39., 2002, Ouro Preto MG.

GORNI, A. A.; MEI, P. R. Aços Alternativos ao HY-80 sem a necessidade de aplicação de têmpera e revenimento. **Revista Escola de Minas**, v. 56, p. 287-293, 2003.

GORNI, A. A. Aços Avançados de Alta Resistência: Microestrutura e Propriedades Mecânicas. **Corte e Conformação de Metais**, v. 44, p. 26-57, 2008.

GORNI, A. A.; SILVEIRA, J. H. D.; REIS, J. S. S. Aços microligados na fabricação de tubos soldados com grande diâmetro. **Revista Tubo & Companhia**, v. 26, p. 52-63, 2009.

GRANGE, R. A. Effect of microstructural banding in steel. **Metallurgical Transactions**, v.2, p.417-426, 1971.

GRAY, J. M.; FAZAKERLEY, W. J. Technical Challenges and Metallurgical Aspects of High Strength Linepipe. In: Annual Conference of Metallurgists, 1998. v. 37, p. 1-31.

GRIMPE, F. et al. Development, Production and Application of Heavy Plates in Grades up to X120. In: International Conference on Super-High Strength Steels, 1., 2005, Rome, Italy.

HASHEMI, S.H.; MOHAMMADYANI, D. Characterisation of weldment hardness, impact energy and microstructure in API X65 steel. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, v.98, p.8-15, 2012.

HASKEL, H. L. **Avaliação da tenacidade à fratura e da microestrutura e mesotextura na curva de transição dúctil frágil do aço API 5L X70**. 2013. 150 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2013.

HERTZBERG, R. W. Deformation and Fracture mechanics of engineering materials. In: **Microstructural aspects of fracture toughness**. 3rd ed. New York: John Wiley & Sons, 1989.

HILLENBRAND, H. G. et al. Development and production of linepipe steels in grade X100 and X120. In: Seminar of X120 grade high performance pipe steels, Technical Conference, 2005, Beijing, China.

HILLENBRAND, H. G.; GRAF, M.; KALWA, C. Development and production of high strength pipeline steels. **Niobium**, p. 1-28, 2001.

HIPPERT JR, E. **Investigação experimental do comportamento dúctil de aços API-X70 e aplicação de curvas de resistência J- Δ a para previsão de colapso em dutos**. 2004. 167 f. Tese (Doutorado). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2004.

HODSON, P. D.; HICKSON, M. R.; GIBBS, R. K. Ultrafine Ferrite in Low Carbon Steel. **Scripta Materialia**, v. 40, p. 1179 - 1184, 1999.

HONEYCOMBE, R. W. K. **Aços: Microestrutura e propriedades**. Lisboa: Ed. Fundação Calouste Gulbenkian, 1982.

HWANG, B. et al. Effective Grain Size and Charpy Impact Properties of High-Toughness X70 Pipeline Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 36, p. 2107-2114, 2005.

JOO, M. S. et al. Experiments to separate the effect of texture on anisotropy of pipeline steel. **Materials Science & Engineering A**. v. 556, p.601-606, 2012a.

JOO, M. S. et al. Role of delamination and crystallography on anisotropy of Charpy toughness in API-X80 steel. **Materials Science & Engineering A**, v. 556, p.314-322, 2012b.

KOZASU, I. Processing - Thermomechanical Controlled Processing. In: **Materials Science and Technology - A Comprehensive Treatment: Constitution and Properties of Steels**, 1992. v. 7, p. 186-217.

KWON, D; ASARO, R. J. A study of void nucleation, growth and coalescence in spheroidized 1518 Steel. **Metallurgical Transactions A**, v. 21, p. 117-134, 1990.

LEMOS, M. F. **Avaliação da vida em fadiga de juntas soldadas do aço API X65 em meios aquosos salinos saturados com diferentes pressões parciais de CO₂**. 2009. 64 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

LESLIE, W. C. The relationship between structure and mechanical properties of metals. In: **Physical Metallurgy and the Design of Steels**, Applied Science Publishers LTD, 1978, London.

LIMODIN, N.; VERREMAN, N.; TARFA, N. Axial fatigue of gas nitrided quenched and tempered AISI 4140 steel: effect of nitriding depth. **Fatigue Fracture Engineering Materials Structure**, v. 26, p. 811-820, 2003.

LOEB, B. et al. Avaliação Comparativa entre a Nitretação em Banhos de Sal e a Nitretação Gasosa, através de Ensaio de Desgaste por Deslizamento e Rolamento. Disponível em: <http://bt.fatecsp.br/bulletins/show_article/131>. Acesso em: 15 Out. 2013.

MACHADO, J. M. **Planejamento Baseado em Risco de Inspeção à Fadiga em Unidades Estacionárias de Produção**. 2002. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2002.

MAGINA, P. G. **Análise de tensões com ultra-som em tubos soldados**. 2009. 100 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2009.

MANFRINATO, M. D. **Influência da nitretação a plasma no comportamento em fadiga dos aços inoxidáveis austeníticos AISI 304 E 316**. 2006. 122 f. Dissertação (Mestrado). Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.

MERESHT, E.S.; FARAHANI, T. S.; NESHATI, J. 2-Butyne-1,4-diol as a novel corrosion inhibitor for API X65 steel pipeline in carbonate/bicarbonate solution. **Corrosion Science**, v. 54, p.36-44, 2012.

MURTA, A. L. S. **Subsídios para o Desenvolvimento de Estudos de Impactos Ambientais para projetos de Transporte Dutoviário**. 2003. 134 f. Dissertação (Mestrado) - Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2003.

OGATA, P. H. **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**. 2009. 105 f. Dissertação (Mestrado). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009.

OLEA, C. A. W. **Caracterização por Microscopia Eletrônica do Aço SAE 1141 microligado ao Nb**. 2002. 90 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002.

OLIVEIRA, S. D; SILVA, G. R.; PINEDO, C. E. Modificação superficial de aços ferramenta por nitretação sob plasma pulsado. In: Encontro de Integrantes da Cadeia Produtiva de Ferramentas, Moldes e Matrizes, 1., 2003, São Paulo SP.

OUCHI, C. Development of Steel plates by intensive use of TMCP and direct quenching process. **ISIJ International**, v.41, p. 542-553, 2001.

RAMÍREZ, M. F. G. **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**. 2008. 159 f. Dissertação (Mestrado). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

RATNAPULI, R. C. Considerações Metalúrgicas de Fabricação de Aços para Tubos API 5L. In: Congresso Anual da ABM, 62., 2007, Vitória ES.

RIVERA, P. C.; RAMUNNI, V.P.; BRUZZONI, P. Hydrogen trapping in an API 5L X60 steel. **Corrosion Science**, v.54, p.106–118, 2012.

RUUD, C. O. **Residual Stress Measurements**. In: ASM Handbook - Mechanical Testing and Evaluation, 2000. v. 8, p. 2071- 2119.

SANT'ANNA, P. C. **Influência de tratamentos térmicos intercríticos na microestrutura e propriedades mecânicas do aço API X65**. 2006. 147 f. Tese (Doutorado). Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.

SANTOS, F. P. **Desenvolvimento de ensaios de corrosão-fadiga para juntas soldadas de aço API 5L X60**. 2006. 61 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2006.

SICILIANO, F. Materiais para gasodutos aços de alta resistência para dutos de transporte de gás e petróleo – tendências atuais. **Metalurgia e Materiais**, v. 64, p. 208-211, 2008.

SILVA, D. C. **Influência do tratamento de homogeneização sobre o bandejamento microestrutural em aços de construção mecânica**. 1995. 94 f. Dissertação (Mestrado). Escola de Engenharia de São Carlos – Universidade de São Paulo, São Carlos, 1995.

SILVA, E. S. **Propagação de trincas de Fadiga em juntas soldadas circunferenciais de aços para risers rígido da classe API 5L grau X80**. 2010. 84 f. Projeto de Graduação. Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2010.

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

SIRIN, S. Y.; SIRIN, K.; KALUC, E. Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 4340 steel. **Materials Characterizations**, v. 59, p. 351–358, 2008.

SIRIN, S. Y.; SIRIN, K.; KALUC, E. Influence of initial conditions on the mechanical behavior of ion nitrided AISI 4340 steel. **Materials Science & Engineering A**, v. 564, p. 232–241, 2013.

SOEIRO JUNIOR, J. C.; ROCHA, D. B.; BRANDI, S. D. Uma Breve Revisão Histórica do Desenvolvimento da Soldagem dos Aços API para Tubulações. **Soldagem & Inspeção**, v. 18, p.176-195, 2013.

SOUZA, G. A. **Caracterização microestrutural de um aço médio carbono e baixa liga (com estrutura bainítica/martensítica) via microscopia óptica**. 2008. 161 f. Dissertação (Mestrado). Faculdade de Engenharia da Universidade Estadual Paulista, Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, Guaratinguetá, 2008.

SOUZA, S. A. **Ensaio mecânicos de materiais metálicos: fundamentos teóricos e práticos**. 5. ed. São Paulo: Edgard Blucher, 1982.

SHETTY, K.; KUMAR, S.; RAO, P. R. Effect of ion nitriding on the microstructure and properties of Maraging steel (250 Grade). **Surface & Coatings Technology**, v. 203, p. 1530-1536, 2009.

SHIN, S. Y. Effects of Microstructure on Tensile, Charpy Impact, and Crack Tip Opening Displacement Properties of Two API X80 Pipeline Steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 44, p. 2613-2624, 2013.

THELNING, K. E. Steel and its heat treatment. Bofors Handbook. London: McGraw-Hill, 1975. 570 p.

THOMPSON S.W.; HOWELL, P.R. Factors influencing ferrite/perlite banding and origin of large pearlite nodules in a hypoeutectoid plate steel. **Materials Science and Technology**, v.8, p. 777-784, 1992.

VALIM, M. T. **Tenacidade a Fratura da Junta Soldada Obtida a Arco Submerso de Aço API 5L Grau X-80**. 2005. 86 f. Dissertação (Mestrado). Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2005.

VOORT, V. **Metallography Principles and Practice**. Mc Graw Hill. 1984.

VERHOEVEN, J. D. **Fundamentals of physical metallurgy**. Iowa: Ed. John Wiley & Sons, 1975.

VIEIRA, A. A. H. **Avaliação Microestrutural de Aços da Classe API 5L X80 Submetidos a Diferentes Ciclos Térmicos**. 2007. 106 f. Dissertação (Mestrado). Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.

YAKUBTSOV, I. A.; PORUKS, P.; BOYD, J. D. Microstructure and mechanical properties of bainitic low carbon high strength plate steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 480, p.109-116, 2008.

YEH, S.; CHIU, L.; CHANG, H. Effects of Gas Nitriding on the Mechanical and Corrosion Properties of SACM 645 Steel. **Scientific Research**, v 3, p. 942-948, 2011.

YIMING, X.; WEINS, W. N.; DHIR, A. A metallographic investigation of banding and diffusion of phosphorus in steels. **Microstructural Science**, v. 20, 1993.

ZONG, C.; ZHU, G.; MAO, W. Effect of crystallographic texture on the anisotropy of Charpy impact behavior in pipeline steel. **Materials Science & Engineering A**, v. 563, p. 1–7, 2013.

ZHANG, D. et al. Economic evaluation of CO₂ pipeline transport in China. **Energy Conversion and Management**, v. 55, p.127–135, 2012.

ZHAO, M. C.; YANG, K.; SHAN, Y. The Effects of Thermo-mechanical Control Process on Microstructures and Mechanical Properties of a Commercial Pipeline Steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 335, p. 14 – 20, 2002.

ZHAO, M. C. et al. Continuous cooling transformation of undeformed and deformed low carbon pipeline steels. **Materials Science and Engineering A**, v. 355, p. 126-136, 2003.

ZHOU, C. Rotating bending fatigue properties of two case hardening steels after nitriding treatment. **Materials and Design**, v. 46, p. 539–545, 2013.