

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO  
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS NO  
CONJUNTO RESISTÊNCIA MECÂNICA-TENACIDADE A FRATURA DO AÇO API 5L  
X70

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA À UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO  
PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

TIAGO DE SOUSA ANTONINO

ORIENTADOR: RICARDO ARTUR SANGUINETTI FERREIRA

RECIFE, FEVEREIRO DE 2011

“ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS NO  
CONJUNTO RESISTÊNCIA MECÂNICA – TENACIDADE A FRATURA NO AÇO  
API 5L X70”.

TIAGO DE SOUSA ANTONINO

ESTA DISSERTAÇÃO FOI JULGADA ADEQUADA PARA OBTENÇÃO DO  
TÍTULO DE MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA

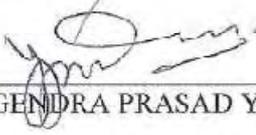
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: MATERIAIS E FABRICAÇÃO  
APROVADA EM SUA FORMA FINAL PELO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA  
MECÂNICA/CTG/EEP/UFPE

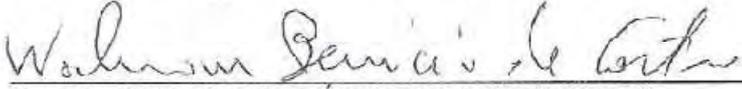
  
Prof. Dr. RICARDO ARTUR SANGUINETTI FERREIRA  
ORIENTADOR/PRESIDENTE

  
Prof. Dr. SEVERINO LEOPOLDINO URTIGA FILHO  
COORDENADOR DO PROGRAMA

BANCA EXAMINADORA:

  
Prof. Dr. RICARDO ARTUR SANGUINETTI FERREIRA (UFPE)

  
Prof. Dr. YOGENDRA PRASAD YADAVA (UFPE)

  
Prof. Dr. WALMAN BENÍCIO DE CASTRO (UFCG)

Catálogo na fonte  
Bibliotecária Maria Luiza de Moura Ferreira, CRB-4 / 1469

**A635e**

**Antonino, Tiago de Sousa.**

Estudo da influência de tratamentos termomecânicos no conjunto resistência mecânica-tenacidade a fratura do aço API 5L X70 / Tiago de Sousa Antonino. - Recife: O Autor, 2011. vi, 82 folhas; il., tabs.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Artur Sanguinetti Ferreira.  
Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2011.

Inclui Referências.

**1. Engenharia mecânica. 2. Aço API 5L X70. 3. Rotas Termomecânicas. 4. Tenacidade a fratura. I. Ferreira, Ricardo Artur Sanguinetti (orientador). II. Título**

**621 CDD (22. ed.)**

**UFPE/BCTG/2011-102**

*Porque Deus amou o mundo de tal maneira que deu seu Filho unigênito, para que todo aquele que nele crê não pereça, mas tenha a vida eterna.*

*João 3. 16*

## AGRADECIMENTOS

A Deus por tudo que ele fez, faz e fará por mim, pois sem a sua presença na minha vida nada poderia realizar.

Ao Professor Ricardo Sanguinetti, que além de um grande mestre, também um grande amigo e companheiro.

A meus pais, Djalma e Sônia, por todo amor, carinho e incentivo nos estudos.

A minha esposa, Poliana, minha grande companheira em todas as horas da minha vida.

Aos meus grandes amigos e irmãos: Everthon, Sheila, Timóteo, Rodrigo José, Igor, Heber, Marcelo Guerra, Paulo Bomfim, Petrônio, Álvaro, André, Urbano, Thiago Santos, Alcides, Renato, Adérito, Aníbal, Pablo, Carlo Reillen, etc.

Ao Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco e todos os professores.

Ao Departamento de Física da Universidade Federal de Pernambuco pela utilização do microscópio eletrônico de varredura.

A Simisa pela realização do ensaio de impacto Charpy.

Aos técnicos Orlando, Diniz, Ivaldo e Janaína na realização dos experimentos.

A dona Eliane por toda sua amizade e cuidado com os alunos da pós-graduação.

A Capes pela bolsa de mestrado durante 24 meses.

## RESUMO

A influência de rotas termomecânicas na microestrutura e propriedades mecânicas do aço API 5L X70 foi estudada neste trabalho. Foram propostas 5 rotas onde todas iniciaram com aquecimento até 950°C, sendo mantidas por 15 minutos para completa austenitização, em cujas trajetórias envolviam: resfriamento em substrato metálico, resfriamento em água, deformação e banhos de chumbo. O material utilizado neste trabalho foi retirado de um tubo de aço API 5L X70 com espessura de 10,8 mm e diâmetro nominal de 20" para confecção dos corpos de prova a serem utilizados nos experimentos. Um conjunto de corpos de prova, depois de austenitizados, foram resfriados num substrato metálico a temperatura ambiente, outro resfriados em água a temperatura ambiente, outro laminados, sofrendo um redução de 15% na espessura, e em seguida resfriados em água a temperatura ambiente. Outro conjunto de corpos de prova foram laminados, reduzindo 15% na espessura, colocados em banhos de chumbo nas temperaturas de 450 e 550°C durante 15 segundos para decomposição isotérmica e, depois de tratados, sendo em seguida resfriados em água a temperatura ambiente. Amostras foram retiradas dos corpos de prova para metalografia e análise da microestrutura via microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Corpos de prova de tração e impacto Charpy foram confeccionados para realização dos ensaios mecânicos. O ensaio Charpy foi realizado em corpos de prova a 0°C e a temperatura ambiente (20°C). As fraturas geradas nos ensaios de tração e impacto Charpy foram analisadas por MEV. Na análise por MO das microestruturas produzidas, conseguiu-se visualizar apenas a presença de grãos ferríticos, todavia na análise por MEV detectou-se a formação de ferrita poligonal, ferrita acicular, ferrita granular, possíveis pontos de constituinte M/A e a presença de austenita retida. Os resultados de tração revelaram melhorias no limite de escoamento e ductilidade em relação ao material como recebido. Convém destacar as propriedades de tração alcançadas pelos corpos de prova austenitizados, laminados e resfriados em água, cuja microestrutura é composta principalmente de ferrita granular e ferrita acicular. Esta microestrutura proporcionou os melhores resultados de limite de escoamento e limite de resistência, onde foram verificados aumentos de 36,05 e 4,85% respectivamente, em relação ao material como recebido e assim, alcançando um valor de limite de resistência próximo àquele exigido ao aço API 5L X90. Além disso, esta rota produziu melhorias na energia absorvida no ensaio Charpy e, desta forma, propriedades otimizadas de resistência mecânica e tenacidade a fratura. Todas as rotas proporcionaram melhores valores de energia absorvida em relação ao material como recebido, exceto nos corpos de prova laminados e submetidos a banho de chumbo a 550°C. A análise de todas as fraturas revelou um mecanismo do tipo dúctil, com extensiva formação de alvéolos.

Palavras-chave: Aço API 5L X70, rotas termomecânicas, microestrutura, resistência mecânica e tenacidade a fratura.

## ABSTRACT

The influence of thermomechanical routes on microstructure and mechanical properties of the API 5L X70 steel was studied in this work. Five routes were proposed which all started with heating up to 950 ° C and held for 15 minutes to complete austenitizing, whose trajectories involved in: cooling on the metallic substrate, water cooling, deformation and lead baths. The material used in this study was taken from a steel pipe API 5L X70 with a thickness of 10,8 mm and nominal diameter of 20" for the fabrication of specimens used in the experiments. A set of specimens, after austenitized, were cooled in a metallic substrate at room temperature, another cooled in water at room temperature, another rolled, suffering a 15% reduction in thickness, and then cooled in water at room temperature. Another set of specimens were rolled, reducing 15% in thickness, placed in lead baths at temperatures of 450 and 550 ° C for 15 seconds to isothermal treatment and then cooled in water at room temperature. Samples were taken from the specimens for metallography and microstructural analysis by optical microscopy (OM) and scanning electron microscopy (SEM). Tensile and Charpy impact specimens were manufactured to carry out mechanical tests. The Charpy test was performed on specimens at 0 ° C and room temperature (20 ° C). The fractures generated in the tensile and Charpy impact tests were analyzed by SEM. In the analysis of the produced microstructures by OM, we managed to view only the presence of ferrite grains, however the SEM analysis detected the formation of polygonal ferrite, acicular ferrite, granular ferrite, possible points of A / M constituent and the presence of retained austenite. The tensile results showed improvements in yield strength and ductility compared to the material as received. Worth noting is the tensile properties attained by the specimens austenitized, rolled and cooled in water, whose microstructure is mainly composed of granular ferrite and acicular ferrite. This microstructure provided the best results of yield strength and tensile strength, which increases were observed in 36,05 and 4,85% respectively compared to the material as received and thus reaching a tensile strength close to that required to API 5L X90 steel. Moreover, this route has produced improvements in the Charpy absorbed energy and thus optimized properties of mechanical strength and fracture toughness. All routes provided better values of absorbed energy compared to the material as received, except in the specimens rolled and submitted to the lead bath at 550 ° C. The analysis of all fractures showed a ductile mechanism with extensive formation of dimples.

**Keywords:** API 5L X70 steel, thermomechanical routes, microstructure, mechanical strength and fracture toughness.

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	1
<b>2. OBJETIVO GERAL</b> .....	3
2.1 Objetivos Específicos.....	3
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	4
3.1 O Sistema Ferro-Carbono.....	4
3.1.1 O Diagrama Ferro-Cementita (Fe-Fe <sub>3</sub> C).....	4
3.1.2 Decomposição da Austenita.....	7
3.1.2.1 Curvas TTT e TRC.....	8
3.1.2.1.1 Curva TTT (Transformação Isotérmica).....	9
3.1.2.1.2 Curva CCT ( <i>Continuous Cooling Transformation</i> ).....	11
3.1.3 Influência dos Elementos de Liga nos Aços.....	12
3.2 Aços Estruturais para Dutos.....	13
3.2.1 Aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL).....	14
3.3 Rotas de Processamento dos Aços ARBL.....	17
3.3.1 Laminação Controlada.....	18
3.3.2 Laminação Controlada com Resfriamento Acelerado.....	20
3.3.3 Mecanismos Relacionados com os Tratamentos Termomecânicos Controlados.....	22
3.4 Microestruturas Encontradas nos Aços ARBL.....	25
3.5 Influência de Tratamentos Termomecânicos na Microestrutura e Propriedades Mecânicas dos Aços ARBL.....	30
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	38
4.1 Materiais.....	38
4.1.1 Fabricação dos Corpos de Prova Utilizados nos Tratamentos Termomecânicos.....	38
4.1.2 Tratamentos Termomecânicos.....	40
4.2 Métodos.....	41

4.2.1	Análise Microestrutural.....	41
4.2.1.1	Microscopia Óptica (MO).....	41
4.2.1.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	42
4.2.2	Ensaio Mecânicos.....	42
4.2.2.1	Ensaio de Tração.....	42
4.2.2.2	Ensaio de Impacto Charpy.....	43
4.2.3	Análise das Fraturas.....	43
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>44</b>
5.1	Análise Microestrutural.....	44
5.1.1	Microscopia Óptica (MO).....	44
5.1.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	47
5.2	Ensaio Mecânicos.....	58
5.2.1	Ensaio de Tração.....	58
5.2.2	Ensaio de Impacto Charpy.....	63
5.2.3	Comparação entre as Propriedades Mecânicas Proporcionadas pelas Rotas Termomecânicas.....	65
5.3	Análise das Fraturas.....	69
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>74</b>
<b>7</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....</b>	<b>76</b>
<b>8</b>	<b>TRABALHOS PRODUZIDOS.....</b>	<b>77</b>
<b>9</b>	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>78</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1 - Diagrama de fases Ferro-Cementita (Silva e Mei, 2006).....	4
Figura 3.2 - Mecanismos operantes na decomposição da austenita (adaptado de Silva e Mei, 2006).....	7
Figura 3.3 - Representação esquemática do dilatômetro (Silva e Mei, 2006).....	9
Figura 3.4 - Cinética de formação da perlita (Silva e Mei, 2006).....	10
Figura 3.5 - Curvas TTT esquemáticas dos aços (Silva e Mei, 2006).....	10
Figura 3.6 - Diagrama CCT de um aço microligado (Xiao <i>et al.</i> , 2006).....	11
Figura 3.7 - Microestruturas de um aço microligado produzidas com taxas de resfriamento de: a) 100°C/s; b) 10°C/s; c) 2°C/s e d) 0,2°C/s (Xiao <i>et al.</i> , 2006).....	12
Figura 3.8 - Etapas de deformação durante a laminação controlada (Shiga <i>et al.</i> , 1981).....	20
Figura 3.9 - Evolução dos aços API ao longo dos últimos 40 anos (Gorni e Silveira, 2006).....	21
Figura 3.10 - Comparação esquemática entre a laminação controlada e a laminação controlada com resfriamento acelerado (Llewellyn e Hudd, 1998).....	21
Figura 3.11 - Efeito da deformação sobre o tamanho de grão ferrítico em um aço ARBL (A. Abdollah Zadeh e B. Eghbali, 2007).....	23
Figura 3.12 - Tamanho de grão e fração volumétrica dos grãos ferríticos em função da deformação (A. Abdollah Zadeh e B. Eghbali, 2007).....	23
Figura 3.13 - Efeito do tamanho de grão sobre o limite de escoamento e propriedades de impacto (Llewellyn e Hudd, 1998).....	24
Figura 3.14 - a) Imagem de campo claro mostrando a presença dos finos precipitados sobre discordâncias e b) imagem de campo escuro mostrando a distribuição aleatória dos precipitados (seta em vermelho) (Show <i>et al.</i> 2010).....	25
Figura 3.15 - (a) Imagem de campo escuro de precipitados de cobre e (b) forma geométrica do precipitado (seta em vermelho) (A. Ghosh <i>et al.</i> 2003).....	25
Figura 3.16 - Ferrita poligonal (grãos claros) formada num aço HSLA-80 transformado isotermicamente a 675 °C por 500s. As regiões escuras correspondem à martensita formada na têmpera após o tratamento isotérmico a 675 °C (Krauss e Thompson, 1995).....	27
Figura 3.17 - Ferrita Widmanstätten (grãos brancos compridos) formada num aço HSLA-80 transformado isotermicamente a 600 °C por 100s. As regiões escuras correspondem à	

martensita formada na t�mpera ap�s o tratamento isot�rmico a 600 �C (Krauss e Thompson, 1995).....	28
Figura 3.18 - Ferrita quase-poligonal formada num a�o de ultra-baixo carbono contendo 0,005% C e 3% Mn resfriado a 50�C/s (Krauss e Thompson, 1995).....	28
Figura 3.19 - Ferrita acicular formada por transforma�o isot�rmica de um a�o HSLA-80 contendo cobre, transformado a 500�C por 5000s (Krauss e Thompson, 1995).....	29
Figura 3.20 - Ferrita granular em um a�o com 0,07%C (Hwang <i>et al.</i> 2010).....	30
Figura 3.21 - Rela�o inversa entre a tenacidade � fratura e a resist�ncia mec�nica (adaptado de Hertzberg, 1983).....	30
Figura 3.22 - Varia�o da energia de impacto Charpy dos a�os a) S e b) T no intervalo de temperatura de -196�C a temperatura ambiente (Shin <i>et al.</i> 2006).....	33
Figura 3.23 - Diagrama esquem�tico dos tratamentos termomec�nicos utilizados por Shin <i>et al.</i> (2007).....	34
Figura 3.24 - Diagramas esquem�ticos dos processamentos termomec�nicos utilizados por Kim <i>et al.</i> (2008).....	35
Figura 3.25 - Mecanismo de forma�o da ferrita acicular proposto por Kim <i>et al.</i> (2008).....	36
Figura 4.1 - Tubo API 5L X70 cedido pela Petrobr�s.....	38
Figura 4.2 - (a) Serra utilizada no corte dos corpos de prova. (b) Cortes realizados na dire�o longitudinal dos tubos.....	39
Figura 4.3 - Corpos de prova oriundos dos cortes realizados nos tubos de a�o API X70 na dire�o longitudinal.....	39
Figura 4.4 - Corpos de prova na opera�o de aplainamento.....	39
Figura 4.5 - Desenho esquem�tico mostrando a geometria dos corpos de prova para os tratamentos termomec�nicos.....	40
Figura 4.6 - Forno e laminador utilizados nos experimentos. a) Corpo de prova sendo retirado do forno para austenitiza�o a 950�C. b) Corpo de prova entrando (seta em vermelho) e saindo (seta azul) do laminador.....	41
Figura 4.7 - Desenho esquem�tico mostrando as dimens�es m�dias dos corpos de prova de tra�o.....	42
Figura 5.1 - Micrografia por MO produzida pela rota 1 (austenitiza�o a 950�C + resfriamento em substrato met�lico � temperatura ambiente). 1000X.....	45
Figura 5.2 - Micrografia por MO produzida pela rota 2 (austenitiza�o a 950�C + resfriamento em �gua � temperatura ambiente). 1000X.....	46
Figura 5.3 - Micrografia por MO produzida pela rota 3 (austenitiza�o a 950�C + deforma�o de 15% + resfriamento em �gua � temperatura ambiente). 1000X.....	46

Figura 5.4 - Micrografia por MO produzida pela rota 4 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + banho de chumbo a 450°C + resfriamento em água à temperatura ambiente). 1000X.....	47
Figura 5.5 - Micrografia por MO produzida pela rota 5 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + banho de chumbo a 550°C + resfriamento em água à temperatura ambiente). 1000X.....	47
Figura 5.6 - Micrografias por MEV produzidas pela rota 1 (austenitização a 950°C + resfriamento em substrato metálico à temperatura ambiente). (a) 3500X e (b) 10000X.....	49
Figura 5.7 - Micrografias por MEV produzidas pela rota 2 (austenitização a 950°C + resfriamento em água à temperatura ambiente). a) 3500X e b) 10000X.....	50
Figura 5.8 - Micrografias por MEV produzidas pela rota 3 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + resfriamento em água à temperatura ambiente). a) 3500X e b) 10000X.....	52
Figura 5.9 - Micrografias por MEV produzidas pela rota 4 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + banho de chumbo a 450°C + resfriamento em água à temperatura ambiente). a) 3500X e b) 10000X.....	55
Figura 5.10 - Micrografias por MEV produzidas pela rota 5 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + banho de chumbo a 550°C + resfriamento em água à temperatura ambiente). a) 3500X e b) 10000X.....	56
Figura 5.11 - Microestrutura produzida pela rota 4 mostrando o tamanho nanométrico da fase ferrita granular.....	57
Figura 5.12 - Limite de escoamento e limite de resistência oriundos das rotas termomecânicas e do material como recebido.....	60
Figura 5.13 - Deformação total obtida a partir do ensaio de tração, oriunda das rotas termomecânicas e do material como recebido.....	60
Figura 5.14 - Variação da energia absorvida em função das temperaturas do ensaio Charpy-V para todas as rotas termomecânicas e o material como recebido.....	64
Figura 5.15 - Representação gráfica da energia absorvida média oriunda das duas temperaturas utilizadas no ensaio Charpy proporcionada pelas rotas termomecânicas e material como recebido.....	65
Figura 5.16 - Comparação entre as propriedades mecânicas proporcionadas pelas rotas termomecânicas e material como recebido.....	66
Figura 5.17 - Imagens por MEV das fraturas produzidas pelos ensaios de tração. (a) Material como recebido, (b) rota 1, (c) rota 2, (d) rota 3, (e) rota 4 e (f) rota 5.....	70

Figura 5.18 - Imagens por MEV das fraturas produzidas pelo ensaio de impacto Charpy a temperatura ambiente. (a) Material como recebido, (b) rota 1, (c) rota 2, (d) rota 3, (e) rota 4 e (f) rota 5.....72

Figura 5.19 - Imagens por MEV das fraturas produzidas pelo ensaio de impacto Charpy a 0°C. (a) Material como recebido, (b) rota 1, (c) rota 2, (d) rota 3, (e) rota 4 e (f) rota 5.....73

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Composição química e propriedades de tração do aço API 5L X70 com nível de especificação PSL 1.....	16
Tabela 3.2 – Composição química e propriedades de tração do aço API 5L X70 com nível de especificação PSL 2.....	17
Tabela 3.3 – Tenacidade a fratura a 0°C do aço API 5L X70 com nível de especificação PSL 2.....	17
Tabela 3.4 - Simbologia e nomenclatura adotada para classificação da microestrutura de aços ARBL (Araki <i>et al.</i> , 1991; Krauss e Thompson, 1995; Ferrer, 2003; Ramírez, 2008; Silva, 2009).....	26
Tabela 3.5 - Composição química dos aços API X70 estudados por Hwang <i>et al.</i> (2005).....	32
Tabela 3.6 - Composição química dos aços API X70 e X80 (Shin <i>et al.</i> 2007).....	33
Tabela 3.7 - Resultados do ensaio de impacto Charpy (Shin <i>et al.</i> 2007).....	34
Tabela 3.8 - Composição química dos aços estudados por Kim <i>et al.</i> (2008).....	35
Tabela 3.9 - Composição química dos aços estudados por Wang <i>et al.</i> (2009).....	36
Tabela 4.1 - Composição química do aço API 5L X70 conforme o fabricante USIMINAS (% massa).....	38
Tabela 4.2 - Rotas termomecânicas utilizadas nos experimentos.....	41
Tabela 5.1 - Resumo das microestruturas produzidas pelas rotas termomecânicas.....	58
Tabela 5.2 - Resultados das propriedades mecânicas obtidas a partir dos ensaios de tração. C. R. = Material Como Recebido.....	59
Tabela 5.3 - Resultados da energia absorvida obtidas a partir do ensaio de impacto Charpy.....	63
Tabela 5.4 - Energia absorvida média oriunda das duas temperaturas utilizadas no ensaio Charpy.....	65

## SIGLAS e SÍMBOLOS

**ANP** – Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis

**API** – American Petroleum Institute

**API 5L** - Specification for Line Pipe

**ARBL** – Alta Resistência e Baixa Liga

**ASM** – American Society for Metals

**ASTM** – American Society for Testing and Materials

**CCC** – Cúbico de Corpo Centrado

**CCT** - Continuous Cooling Transformation

**CFC** – Cúbico de Face Centrada

**CR** – Material Como Recebido

**E<sub>abs</sub>** – Energia absorvida no ensaio de impacto Charpy

**HSLA** – High Strength Low Alloy

**ISIJ** - The Iron and Steel Institute of Japan

**MET** – Microscopia Eletrônica de Transmissão

**MEV** – Microscopia Eletrônica de Varredura

**MO** – Microscopia Óptica

**PSL** - Product Specification Levels

**T<sub>nr</sub>** – Temperatura de não recristalização

**TMCR** – Thermo-mechanical Controlled Rolling

**TRC** – Transformação em Resfriamento Contínuo

**TTT** – Temperatura, Tempo, Transformação

**$\alpha$**  – Ferrita

**$\gamma$**  – Austenita

**M/A** – Constituinte Martensita/Austenita presente nos aços ARBL resfriados controladamente

**$\sigma_e$**  – Limite de escoamento

**$\sigma_R$**  – Limite de resistência

$\varepsilon_T$  – Deformação total

$\Delta\sigma_e$  – Desvio padrão do limite de escoamento

$\Delta\sigma_R$  – Desvio padrão do limite de resistência

$\Delta\varepsilon_T$  – Desvio padrão da deformação total

$\Delta E_{abs}$  – Desvio padrão da energia absorvida no ensaio de impacto Charpy

## 1. INTRODUÇÃO

De acordo com a Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis, as linhas de oleodutos e gasodutos têm crescido a cada ano devido ao aumento na produção e no consumo de derivados (ANP, 2009). Além disso, para atender esta demanda, torna-se necessário que os novos gasodutos e oleodutos tenham maiores diâmetros e operem com pressões mais elevadas, resultando num aumento na espessura de parede dos dutos ou na aplicação de aços com melhores propriedades mecânicas. De acordo com Hillenbrand *et al.* 2005, melhorar as propriedades mecânicas dos aços significa evitar o uso de espessuras muito elevadas e uma conseqüente redução da quantidade de aço, o que implica em menor peso por metro de tubo, maior facilidade no transporte e instalação, redução nos insumos de soldagem bem como o menor consumo de energia na fabricação da chapa. Tudo isto representa a diminuição dos custos por tonelada de tubulação para o transporte de petróleo e gás. Entretanto, é importante que o aumento no limite de escoamento não seja acompanhado por uma diminuição da tenacidade a fratura, uma vez que estimulará trincas induzidas por tensão, e uma diminuição da conformabilidade, pois provocará dificuldades na conformação da chapa. Somado a isto, como as atividades de exploração são realizadas em condições hostis tais como altas pressões em profundidades subaquáticas, ambientes corrosivos, bem como em temperaturas extremamente baixas na Sibéria e Alaska, a demanda por uma melhor resistência e tenacidade em aços para dutos tem aumentado. Assim, alta resistência associada com uma alta tenacidade e conformabilidade são importantes exigências da indústria de dutos (Shanmugam *et al.*, 2007).

Os materiais com estas características são os aços microligados ARBL (Alta Resistência e Baixa Liga). Estes aços possuem baixo teor de carbono o qual é compensado com a adição de elementos microligantes que mantêm a resistência mecânica e apresentando em sua forma original mais simples uma microestrutura típica do tipo ferrita-perlita. A adição dos elementos microligantes com a diminuição do teor de carbono melhora a soldabilidade e aumenta a tenacidade.

Especificamente, os aços ARBL aplicados na fabricação de dutos para transporte de petróleo e gás seguem a especificação API 5L, *Specification for Line Pipe*, (API, 2007). Nesta especificação, com relação à composição química e resistência mecânica, os aços variam desde o API 5L A25 até o API 5L X120. O número contido na designação composta pelas

letras A ou X, representa o valor mínimo da tensão de escoamento em Ksi. Como exemplo, o aço API 5L X70 possui valor mínimo da tensão de escoamento de 70 Ksi ( $\approx 485\text{MPa}$ ).

O desenvolvimento dos aços microligados, particularmente no campo das aplicações estruturais, navais e petrolíferas, se deve basicamente às melhores características de tenacidade desses materiais para níveis relativamente altos de resistência mecânica e boa soldabilidade. Sob este aspecto, a laminação controlada se revelou um tratamento termomecânico indispensável para se conseguirem tais características a partir das ligas microligadas ao Nb, Ti e V (Gorni e Mei, 2003). Estes elementos além de atuarem no controle do grão austenítico durante as etapas de reaquecimento e processamento, etapas que compõem a técnica da laminação controlada, também podem formar finos precipitados na microestrutura final, que agem como bloqueadores do movimento de discordâncias, e assim contribuindo para o aumento da resistência mecânica do produto final.

Laminação controlada ou tratamento termomecânico controlado é considerado como a principal via para o desenvolvimento de aços API para dutos, uma vez que fornece uma desejável microestrutura com grãos finos (Shanmugam *et al.*, 2007). O refino microestrutural, assim como a obtenção de microestruturas ótimas, ou mistura de ambas, representam oportunidades pelas quais os aços ARBL podem alcançar, simultaneamente, maiores valores de resistência mecânica e tenacidade. Microestruturas como ferrita acicular, bainita, ferrita granular ou até mesmo uma mistura destas estruturas, são caracterizadas por produzirem uma excelente combinação destas propriedades (resistência mecânica e tenacidade). Na laminação controlada, a microestrutura resultante e, conseqüentemente as propriedades mecânicas, são fortemente dependentes dos parâmetros de tratamento, tais como: temperatura de reaquecimento, temperatura de deformação, percentual de deformação, taxa de resfriamento, temperatura final de resfriamento, etc. (Zhao *et al.*, 2002; Xiao *et al.*, 2006; Shanmugam *et al.*, 2007).

## 2. OBJETIVO GERAL

O objetivo geral deste trabalho é investigar a influência de rotas termomecânicas na microestrutura e propriedades mecânicas do aço API 5L X70 utilizado na indústria do petróleo e gás natural, visando melhorar tanto a resistência mecânica quanto a tenacidade a fratura.

### 2.1 Objetivos Específicos

- Analisar as microestruturas obtidas por Microscopia Óptica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- Avaliar as propriedades de tração (limite de escoamento, limite de resistência e ductilidade);
- Avaliar a tenacidade a fratura através da energia absorvida no ensaio de impacto Charpy;
- Analisar as fraturas produzidas nos ensaios de tração e impacto Charpy por MEV.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 O Sistema Ferro-Carbono

##### 3.1.1 O Diagrama Ferro-Cementita (Fe-Fe<sub>3</sub>C)

A combinação do carbono no ferro, em equilíbrio termodinâmico, dará origem a diferentes fases para diversas temperaturas avaliadas nas quais são mostradas no diagrama de equilíbrio Fe-C (grafita). Entretanto, na produção industrial dos aços e ferros fundidos, a solidificação e o resfriamento são muito rápidos para que o equilíbrio termodinâmico seja atingido. Ocorre, então, a formação de uma fase metaestável, a cementita (Fe<sub>3</sub>C), no lugar da grafita. Em termos de aplicações práticas a cementita é considerada estável, pois a transformação da cementita em grafita é praticamente nula. A figura 3.1 ilustra o diagrama de fases Fe-Fe<sub>3</sub>C (Ferro-Cementita).

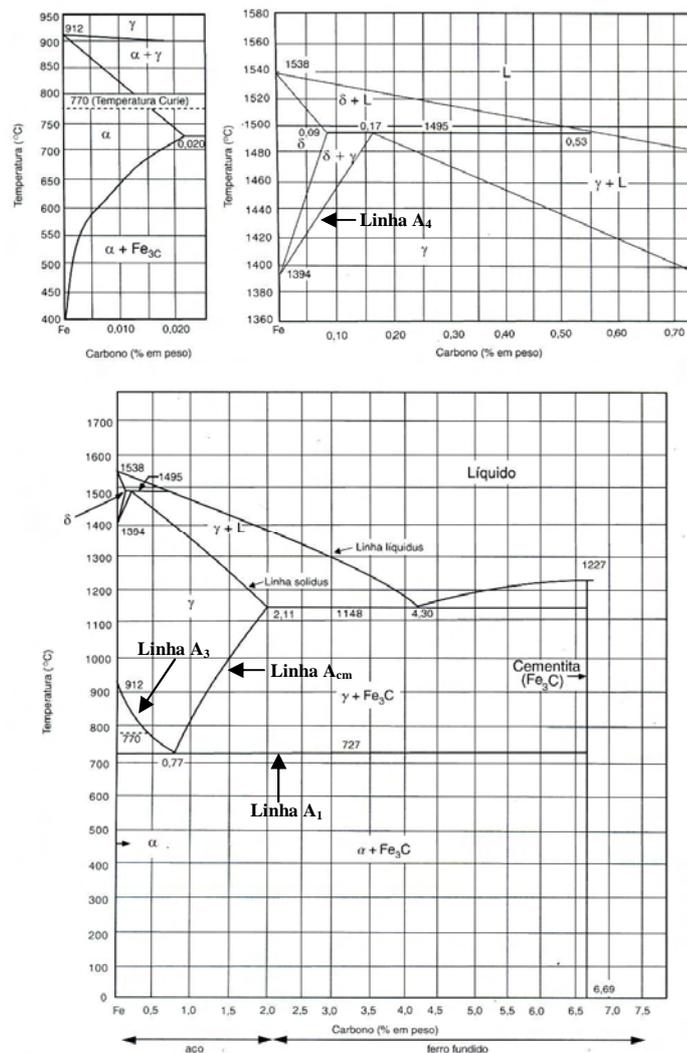


Figura 3.1 - Diagrama de fases Ferro-Cementita (Silva e Mei, 2006).

As fases que aparecem neste diagrama e as várias temperaturas e linhas de importância prática são descritas a seguir.

### **Ferrita ( $\alpha$ )**

Solução sólida de carbono em ferro CCC (Cúbico de Corpo Centrado), estável até a temperatura de 912 °C. Nesta faixa de temperatura, a solubilidade do carbono no ferro é muito baixa, chegando ao máximo de 0,0218% (em peso) a 727 °C.

### **Austenita ( $\gamma$ )**

Solução sólida do carbono em ferro CFC (Cúbico de Face Centrada), estável entre 727 e 1495 °C, apresentando solubilidade máxima do carbono no ferro de 2,11% (em peso) a 1148 °C.

Ligas ferro-carbono que contém até 2%C (em peso) são classificados como aços e acima de 2% são classificados como ferro fundidos. Estes dois são considerados como os principais produtos siderúrgicos.

### **Ferrita ( $\delta$ )**

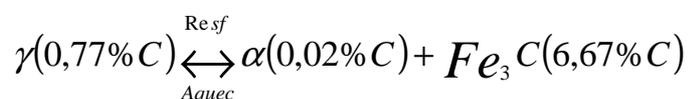
Solução sólida do carbono em ferro CCC, estável entre 1394 e o ponto de fusão do ferro de 1538 °C. A solubilidade máxima do carbono no ferro é 0,09% (em peso) a 1495 °C.

### **Cementita ( $Fe_3C$ )**

A solubilidade do carbono na ferrita e austenita é uma função da temperatura. A cementita se formará quando o limite de solubilidade do carbono na ferrita  $\alpha$  é excedido abaixo de 727 °C (dentro da região de fases ferrita + cementita) e quando o limite de solubilidade do carbono na austenita é excedido entre 727 e 1148 °C (dentro da região de fases austenita + cementita). A cementita ( $Fe_3C$ ) é um carbeto de ferro com estrutura ortorrômbica e de alta dureza e fragilidade.

### **Linha $A_1$**

Referenciada pela reação eutetóide a 727 °C e 0,77%C (em peso):



Um aço com 0,77%C é chamado de eutetóide. Aços com menos de 0,77%C são hipoeutetóides e, com mais de 0,77%C, são hipereutetóides.

Para um aço eutetóide, quando resfriado lentamente do domínio austenítico, apresentará como produto de transformação, a perlita, que corresponde a uma mistura de duas fases, ferrita e cementita, com uma estrutura lamelar característica. Aços hipoeutetóides apresentarão ferrita e perlita; e os hipereutetóides, cementita e perlita.

### **Linha A<sub>2</sub>**

Transformação magnética do ferro CCC, ocorrendo a 770 °C (também chamada de temperatura Curie da ferrita). Nesta temperatura, o ferro muda de paramagnético para ferromagnético.

### **Linha A<sub>3</sub>**

Temperaturas de transformação  $\gamma \leftrightarrow \alpha$ . Para o ferro puro, ocorre a 912 °C. À medida que o teor de carbono é aumentado, a temperatura A<sub>3</sub> segue diminuindo, até o limite de 727 °C, na qual se encontra com a linha A<sub>1</sub>.

### **Linha A<sub>cm</sub>**

Temperaturas de transformação  $\gamma \leftrightarrow \text{Fe}_3\text{C}$ . Inicia-se a 727 °C com 0,77%C e segue aumentando com a elevação do teor de carbono, até atingir 1148 °C com 2,11%C.

### **Linha A<sub>4</sub>**

Temperaturas de transformação  $\gamma \leftrightarrow \delta$ . Para o ferro puro, ocorre a 1394 °C e segue aumentando com a adição de carbono no ferro, até atingir 1495 °C com 0,17%C.

### **Linha *Liquidus***

Acima desta linha, toda a liga está no estado líquido. Esta temperatura diminui com o aumento do teor de carbono, partindo de um máximo a 1538 °C no ferro puro, até 1148 °C na liga Fe-4,30%C.

### **Linha *Solidus***

Abaixo desta linha, toda a liga está no estado sólido.

As transformações de fase limitadas pelas linhas descritas acima e contidas no diagrama da figura 3.1 são supostas ocorrer no equilíbrio. Nas condições industriais de processamento metalúrgico, estas transformações ocorrem fora do equilíbrio termodinâmico, conseqüentemente as linhas de transformação no aquecimento e resfriamento apresentam-se deslocadas. Para as condições de equilíbrio, utilizam-se as notações:  $A_1$ ,  $A_2$ , etc., ou  $A_{e1}$ ,  $A_{e2}$ , etc. Para o aquecimento, utilizam-se  $A_{c1}$ ,  $A_{c2}$ , etc., (a sigla vem do francês, c = “chauffage” = aquecimento). Para o resfriamento, utilizam-se  $A_{r1}$ ,  $A_{r2}$ , etc., (r = “refroidissement” = resfriamento). De acordo com García de Andrés *et al.* (2002), as linhas  $A_c$  e  $A_r$  são sensíveis às taxas de aquecimento e resfriamento, bem como à presença de elementos de liga.

### 3.1.2 Decomposição da Austenita

A formação das fases existentes nos aços baseia-se na velocidade de resfriamento a partir do campo austenítico (fase  $\gamma$ ). Esta velocidade definirá o mecanismo com que irá ocorrer a transformação de fase: difusão, cisalhamento ou uma mistura dos dois mecanismos.

Quando o aço é resfriado lentamente, a transformação de fase ocorrerá por difusão, na qual se baseia na movimentação e rearranjo dos átomos para formação de uma nova fase. Este é o mecanismo de formação da ferrita, perlita e cementita. Porém, se o resfriamento do aço a partir da região austenítica for rápido (por exemplo, têmpera em água), a transformação de fase ocorrerá por cisalhamento, envolvendo a deformação da rede cristalina. Este é o mecanismo de formação da martensita, ver figura 3.2.

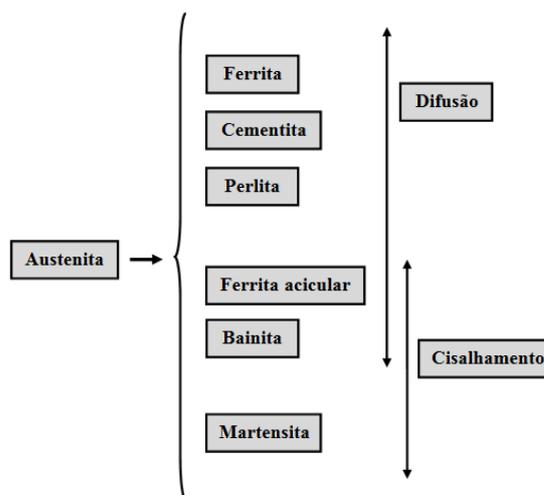


Figura 3.2 - Mecanismos operantes na decomposição da austenita (adaptado de Silva e Mei, 2006).

### 3.1.2.1 Curvas TTT e TRC

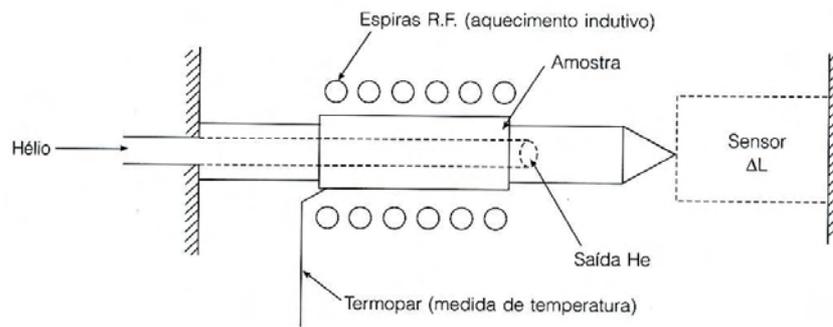
O diagrama de fases Fe-Fe<sub>3</sub>C demarca os limites de composição das fases ou mistura de fases deste sistema em função da temperatura (Ferreira, 2002). Embora de grande utilidade, este diagrama não fornece informações acerca das transformações da austenita em condições diferentes do equilíbrio (resfriamento extremamente lento), além de não considerar a cinética das transformações, ou seja, a influência das taxas de resfriamento e dos tempos necessários para se completarem as transformações de fases.

Para se acompanhar a evolução das transformações de fase que ocorrem nos aços, utilizam-se as curvas de transformação (temperatura, tempo, transformação), as quais são subdivididas em:

- TTT: Transformação Isotérmica;
- CCT (Continuous Cooling Transformation): Transformação por Resfriamento Contínuo ou TRC (Transformação em Resfriamento Contínuo).

Para obtenção das curvas de transformação, utiliza-se, normalmente, o dilatômetro, um equipamento bastante sensível que mede a variação do comprimento da amostra provocada por mudança de temperatura ou por uma transformação de fase. Nas transformações de fase, as variações de volume são produzidas pela diferença entre o fator de empacotamento da fase original e da nova fase. A “contração” ou “expansão” da amostra, em consequência destas diferenças estruturais, é detectada pelo dilatômetro.

A figura 3.3 mostra a representação esquemática de um dilatômetro. A amostra é aquecida por indução, tendo um termopar para acompanhamento das variações de temperaturas. Uma extremidade da amostra é fixa e a outra é ligada a uma extensômetro (*strain gage*), que detecta as variações em seu comprimento ( $\Delta L$ ). A amostra é furada para que o seu resfriamento, por meio de um jato de hélio ou argônio, possa ser o mais rápido possível, quando se deseja uma queda brusca de temperatura.



**Figura 3.3 - Representação esquemática do dilatômetro (Silva e Mei, 2006).**

#### 3.1.2.1.1 Curva TTT (Transformação Isotérmica)

A formação da ferrita e da perlita são processos difusionais, nos quais ocorrem nucleação e crescimento. Se uma amostra de um aço eutetóide é resfriada desde  $1000^{\circ}\text{C}$  (região austenítica) até uma temperatura  $T_1$  abaixo de  $727^{\circ}\text{C}$  e mantida nesta, haverá a formação da perlita. Essa transformação não é instantânea, pois, como o processo é difusional, haverá um tempo de incubação para os átomos se rearranjarem e formarem os primeiros núcleos de perlita (região “a” da figura 3.4). Após o aparecimento dos núcleos, estes começarão a crescer e a austenita se transformando em perlita (região “b” da figura 3.4). Finalmente, os nódulos de perlita tocam-se e esse impedimento físico faz com que a transformação ocorra mais lentamente em sua forma final (região “c” da figura 3.4).

Utilizando outra amostra do aço eutetóide, resfriando-a desde  $1000^{\circ}\text{C}$  até uma temperatura  $T_2$  abaixo de  $727^{\circ}\text{C}$  e mantida nesta, haverá uma nova transformação de fase representada por uma nova curva de fração volumétrica transformada *versus* tempo, e assim sucessivamente para várias temperaturas.

Unindo-se os tempos de início de transformação para as várias temperaturas, tem-se uma curva em “C”, de início de formação da perlita. O mesmo ocorre quando se unem os tempos de fim de transformação. A curva obtida é chamada TTT, ou seja, transformação isotérmica, ver figura 3.4.

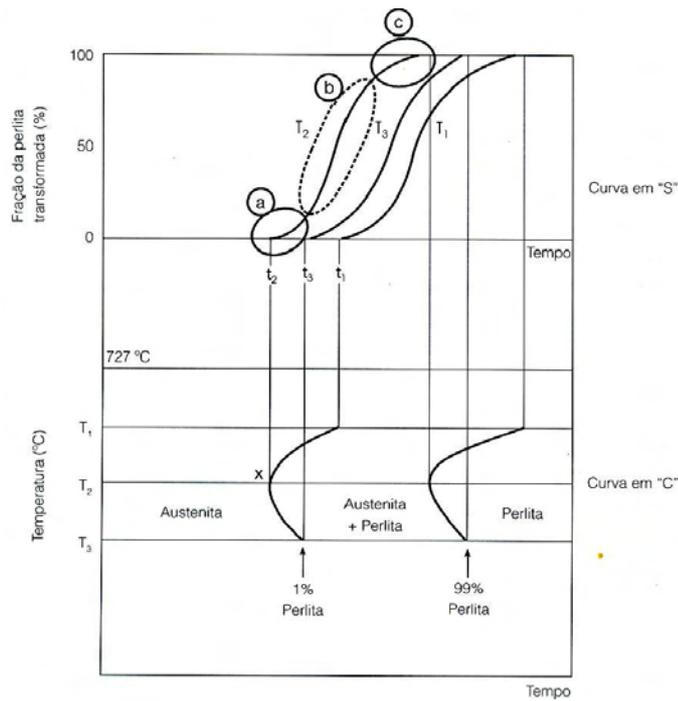


Figura 3.4 - Cinética de formação da perlita (Silva e Mei, 2006).

No caso de um aço hipoeutetóide, antes da formação da perlita haverá a formação da ferrita, enquanto que para um aço hipereutetóide, antes da formação da perlita, haverá a formação de cementita.

Em um diagrama TTT completo de um aço, observam-se constituintes não previstos pelo diagrama de fases Fe-Fe<sub>3</sub>C, que são a bainita e a martensita, ver figura 3.5.

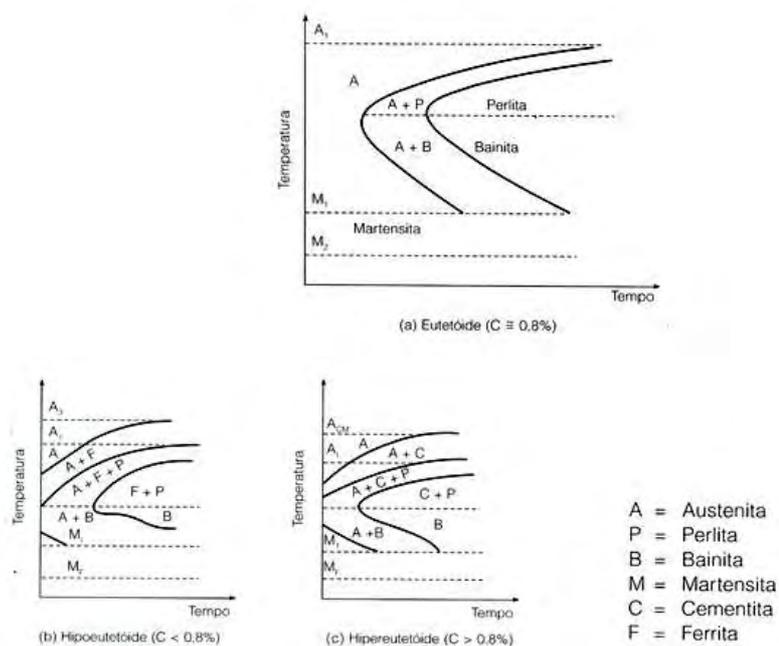


Figura 3.5 - Curvas TTT esquemáticas dos aços (Silva e Mei, 2006).

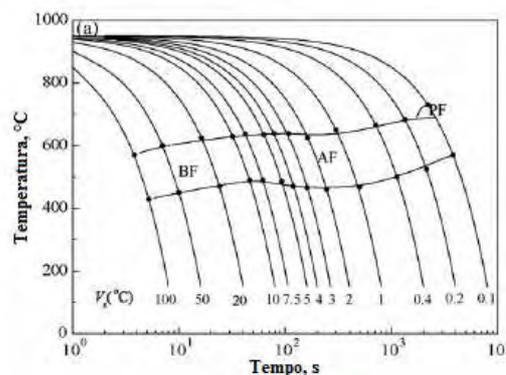
Quando um aço carbono é resfriado rapidamente para temperaturas abaixo do nariz da curva TTT e mantida nesta, ocorre a formação da bainita na qual é classificada em superior e inferior de acordo com a temperatura de transformação. A formação da bainita caracteriza-se por ser um processo misto em que envolve difusão, como ocorre na formação da ferrita e perlita, e forças de cisalhamento, como ocorrem nas transformações martensíticas.

Com o resfriamento brusco da austenita, como exemplo, resfriamento em água, tem-se a formação da martensita. Esta transformação ocorre por cisalhamento da estrutura (deformação de Bain), ou seja, sem difusão. Esta estrutura caracteriza-se por possuir uma grande resistência a tração, mas acompanhada por uma grande fragilidade, o que faz, para fins de aplicação prática, com que haja a necessidade da realização de tratamento térmico posterior (revenimento) para diminuir a sua fragilidade.

### 3.1.2.1.2 Curva CCT (*Continuous Cooling Transformation*)

As transformações de fase dos aços nos processos industriais ocorrem predominantemente por resfriamento contínuo e não isotermicamente. Em função disso, foram desenvolvidas as curvas CCT (*Continuous Cooling Transformation*) ou TRC (Transformação em Resfriamento Contínuo).

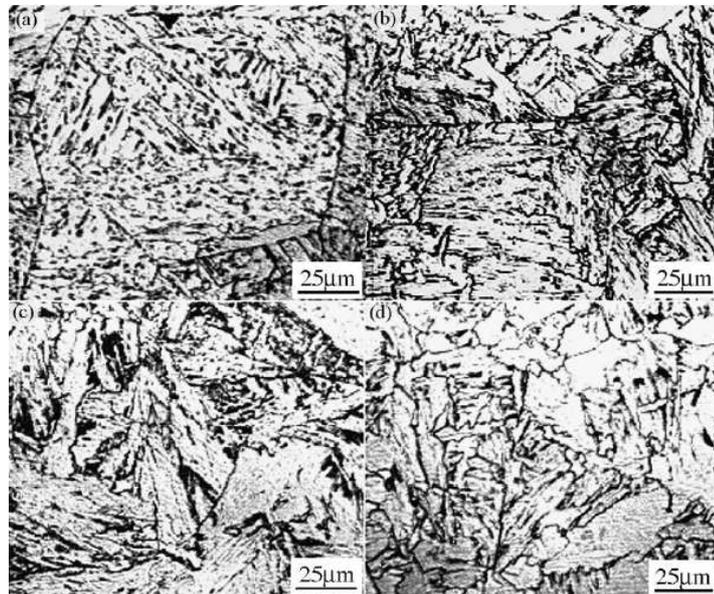
Os diagramas de transformação por resfriamento contínuo (CCT ou TRC) dos aços permitem a identificação das fases originadas durante a decomposição da austenita submetida a um resfriamento contínuo. A figura 3.6, por exemplo, mostra a curva CCT de um aço microligado com composição 0,025%C, 0,24%Si, 1,56%Mn, 0,0020%P, 0,0006%S, 0,32%Mo, 0,039%Nb, 0,019%V, 0,0062%N, 0,0043%O, estudado por Xiao *et al.*, 2006.



**Figura 3.6 - Diagrama CCT de um aço microligado (Xiao *et al.*, 2006).**

Para taxas de resfriamento entre 10 e 100 °C/s, a microestrutura obtida é a ferrita bainítica (BF). Para taxas entre 0,2 e 5 °C/s, foi obtida a ferrita acicular (AF) e para taxas

menores que  $0,2^{\circ}\text{C/s}$  a ferrita poligonal (PF) é obtida. A figura 3.7 mostra as microestruturas deste material para diferentes taxas de resfriamento.



**Figura 3.7 - Microestruturas de um aço microligado produzidas com taxas de resfriamento de: a)  $100^{\circ}\text{C/s}$ ; b)  $10^{\circ}\text{C/s}$ ; c)  $2^{\circ}\text{C/s}$  e d)  $0,2^{\circ}\text{C/s}$  (Xiao *et al.*, 2006).**

### 3.1.3 Influência dos Elementos de Liga nos Aços

Os efeitos dos elementos de liga nos aços envolvem não apenas alterações nas fases ou constituintes presentes em equilíbrio, mas também na maneira e velocidade com que estas fases se formam. Além disso, a presença de elementos de liga pode alterar as próprias características das fases presentes. Alguns efeitos dos elementos de liga na estrutura e propriedades dos aços são:

- Estabilizadores da austenita e da ferrita: importantes elementos de liga, como o níquel, manganês e o cobalto, aumentam a faixa de temperatura para a austenita estável, pela diminuição da temperatura de transformação  $\gamma \rightarrow \alpha$  e aumento da temperatura de transformação  $\gamma \rightarrow \delta$ , sendo chamados de estabilizadores da austenita. Outros elementos de liga, como o alumínio, molibdênio, vanádio e titânio, têm um efeito oposto, uma vez que estabilizam a ferrita;
- Formação de carbeto: elementos como nióbio, vanádio e titânio, por apresentarem uma forte afinidade pelo carbono e nitrogênio, formam carbeto e carbonitretos, os quais podem aumentar consideravelmente a resistência mecânica dos aços, dependendo de sua forma, tamanho e distribuição;

- Além de estarem formando carbeto, os elementos de liga nos aços podem apresentar-se nas seguintes formas: dissolvidos na ferrita, em inclusões não metálicas (óxidos, sulfetos etc.), em compostos intermetálicos e no estado elementar;
- Alteração das temperaturas de formação das fases: austenita, ferrita, perlita, bainita e martensita;
- Atraso na recuperação e recristalização da austenita;
- Impedimento do crescimento de grão austenítico;
- Melhoria de propriedades como resistência a tração, resistência a corrosão, soldabilidade, etc.

### 3.2 Aços Estruturais para Dutos

Atualmente existe uma demanda do transporte de petróleo e gás em maiores pressões de operação, permitindo assim o aumento da capacidade. Desta forma, há a necessidade da utilização de aços de alta resistência. O aumento da resistência dos aços para dutos permite uma significativa redução na espessura de parede com conseqüente redução do peso. É importante que o aumento no limite de escoamento não seja acompanhado por uma diminuição da tenacidade a fratura, uma vez que promoverá trincas induzidas por tensão, e uma diminuição da conformabilidade, pois provocará dificuldades na conformação. Assim, alta resistência associada com uma alta tenacidade e conformabilidade são importantes exigências da indústria de dutos (Shanmugam *et al.*,2007).

Em torno de 15% das reservas estimadas de petróleo do mundo são localizadas na região do Pólo Norte, mas muitas refinarias são localizadas no Oeste Europeu e América do Norte, onde produtos derivados do petróleo são mais consumidos. Assim, é necessário transportar petróleo e gás natural de campos de exploração na região do Ártico para onde eles são consumidos. Como as atividades de exploração são realizadas em muitas condições hostis tais como altas pressões em profundidades subaquáticas bem como temperaturas extremamente baixas na Sibéria e Alaska, a demanda por uma melhor resistência e tenacidade em aços para dutos vem aumentando. Desta forma, a integridade estrutural em baixas temperaturas deve ser seriamente considerada no desenvolvimento de novos aços para dutos com alta resistência e alta tenacidade (Shin *et al.*,2007).

Segundo Júnior (2008), a produção de petróleo e gás no Brasil e o consumo de derivados estão crescendo cada vez mais. Para atender esta demanda, torna-se necessário que os novos gasodutos e oleodutos tenham maiores diâmetros e operem com pressões mais elevadas, resultando num aumento na espessura de parede dos dutos ou na aplicação de aços com melhores propriedades mecânicas. De acordo com Hillenbrand *et al.* 2005, melhorar as propriedades mecânicas dos aços significa evitar o uso de espessuras muito elevadas e uma conseqüente redução da quantidade de aço, o que implica em menor peso por metro de duto, maior facilidade no transporte e instalação, redução nos insumos de soldagem bem como o menor consumo de energia na fabricação da chapa. Tudo isto representa a diminuição dos custos por tonelada de tubulação para o transporte de petróleo e gás.

A crescente necessidade de aços para o transporte de fluídos como petróleo e gás, estruturas e navios está gerando um rápido desenvolvimento em aços microligados. Hoje, os dutos transportam fluidos de elevada acidez em severas condições ambientais e operacionais, como temperatura, pressão, ambientes corrosivos, etc. Estas condições de aplicação obrigam a projetar aços com alta resistência mecânica, boa tenacidade em baixas temperaturas e melhor soldabilidade (Ramírez *et al.*, 2007). Os materiais com estas características são os aços microligados ARBL (Alta Resistência e Baixa Liga). Estes aços possuem baixo teor de carbono o qual é compensado com a adição de elementos microligantes que mantêm a resistência mecânica. A diminuição do teor de carbono melhora a soldabilidade e aumenta a tenacidade.

### 3.2.1 Aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL)

Aços ARBL é um grupo de aços de baixo carbono que utilizam pequenas quantidades de elementos de liga para obtenção de limites de escoamento maiores que 275 MPa (40 Ksi) na condição laminada ou normalizada. Estes aços possuem melhores propriedades mecânicas e, às vezes, melhor resistência a corrosão que os aços carbonos laminados. Além disso, em virtude dos baixos percentuais de carbono presentes nestes aços, estes materiais possuem uma elevada soldabilidade.

Segundo Hippert (2004), estes materiais são aços microligados apresentando, em sua forma original mais simples, uma microestrutura típica de ferrita – perlita. Sua composição química é similar a de um aço de baixo carbono, mas com microadições de elementos de liga de aproximadamente 0,1% Nb, Ti ou V para garantir propriedades mecânicas superiores.

De acordo com Neves *et al.* (2002), os aços microligados ARBL possuem composição química especialmente desenvolvida para alcançar elevados valores de propriedades mecânicas. Corresponde na prática em se adicionar pequenas quantidades de elementos químicos, como o nióbio (Nb), vanádio (V) e titânio (Ti). Cada elemento possui uma função mais adequada. O titânio é mais indicado para o controle do tamanho de grão durante o reaquecimento. O nióbio, para o controle do tamanho de grão austenítico durante o processamento, retardando a recristalização. Os aços microligados ao vanádio podem manter uma grande quantidade de vanádio em solução na austenita e na decomposição da austenita, podendo ser usados para o endurecimento por precipitação em temperaturas baixas.

Os aços ARBL formam uma classe muito importante de aços adequados a uma grande variedade de aplicações estruturais. Por exemplo, na construção de dutos, vasos de pressão, tanques, estruturas navais e *offshore*, componentes estruturais de automóveis, construção civil, etc. Os aços para dutos formam uma classe particular de aços ARBL com alta resistência mecânica, boa soldabilidade e baixa temperabilidade, sendo assim adequados à fabricação de dutos utilizados na condução de fluídos variados sob pressão, como petróleo e seus derivados (Eldmann *et al.*, 1983; Gräf *et al.*, 1983; ASM, 1990; Manohar e Chandra, 1998; Zhao *et al.*, 2002).

Dutos de transporte de petróleo e gás é uma aplicação clássica dos aços ARBL, e uma das primeiras aplicações envolveram o uso de aços com microestrutura de ferrita acicular para oleodutos localizados em regiões polares. Esta aplicação exige uma combinação de alta resistência mecânica, alta tenacidade e boa soldabilidade (ASM, 1990). Outro exemplo de aplicação dos aços ARBL são os dutos que conduzem o petróleo do fundo do mar para as plataformas na superfície, dutos estes denominados de risers. Segundo Silva *et al.* (2008), os aços utilizados na fabricação dos risers devem possuir propriedades como elevada resistência mecânica para suportar as pressões e o próprio peso, elevada resistência à corrosão para resistir ao ambiente marinho, alta resistência à fadiga para resistir aos vórtices devido ao movimento das marés, boa soldabilidade, entre outras.

Os dutos utilizados na indústria do petróleo são geralmente classificados segundo a norma API (*American Petroleum Institute*) em função de sua aplicação e resistência mecânica. Especificamente, os aços ARBL aplicados na fabricação de dutos para transporte de petróleo e gás seguem a especificação API 5L, *Specification for Line Pipe*, (API, 2007). Nesta especificação, com relação à composição química e resistência mecânica, os aços

variam desde o API 5L A25 até o API 5L X120. O número contido na designação composta pelas letras A ou X representa o valor mínimo do limite de escoamento em Ksi. Como exemplo, o aço API 5L X70 possui valor mínimo do limite de escoamento de 70 Ksi ( $\approx 485\text{MPa}$ ).

A especificação API 5L editada em 2007, incorpora ainda dois níveis especificação de produto (*product specification levels*), identificados como PSL 1 e PSL 2, para dutos de aço com e sem costura para uso em sistemas dutoviários da indústria do petróleo. O nível PSL 1 pode ser fornecido em graus do A25 ao X70 e o PSL 2 pode ser fornecido do grau B ao X120. Assim, como exemplo, pode ser especificado aço X70 conforme o nível PSL 1 ou PSL 2. A diferença básica entre um nível e outro é o rigor no detalhamento e nos requisitos técnicos: tubos com nível PSL 2, apresentam, como exemplo, controle mais rígido da composição química do aço (especificando o valor máximo do carbono equivalente), valores de tenacidade e propriedades de tração mais detalhados, ver as tabelas 3.1, 3.2 e 3.3.

**Tabela 3.1 – Composição química e propriedades de tração do aço API 5L X70 com nível de especificação PSL 1.**

<b>Composição Química</b>	$C_{\max} = 0,26\%$
	$Mn_{\max} = 1,65\%$
	$P_{\max} = 0,030\%$
	$S_{\max} = 0,030\%$
	$Nb + V + Ti \leq 0,15\%$
<b>Ensaio de Tração</b>	$\sigma_{e \min.} = 485\text{MPa}$
	$\sigma_{R \min.} = 570\text{MPa}$

**Tabela 3.2 – Composição química e propriedades de tração do aço API 5L X70 com nível de especificação PSL 2.**

<b>Composição Química</b>	$C_{\max} = 0,12\%$
	$Si_{\max} = 0,45\%$
	$Mn_{\max} = 1,70\%$
	$P_{\max} = 0,025\%$
	$S_{\max} = 0,015\%$
	$Nb + V + Ti \leq 0,15\%$
<b>Carbono Equivalente</b>	$C_{\text{eq. Max}} = 0,43$
<b>Ensaio de Tração</b>	$\sigma_{e \text{ min.}} = 485\text{MPa} ; \sigma_{e \text{ max.}} = 635\text{MPa}$
	$\sigma_{R \text{ min.}} = 570\text{MPa} ; \sigma_{R \text{ max.}} = 760\text{MPa}$
	$(\sigma_e / \sigma_R)_{\max.} = 0,93$

**Tabela 3.3 – Tenacidade a fratura a 0°C do aço API 5L X70 com nível de especificação PSL 2.**

<b>Diâmetro externo do tubo em polegadas</b>	<b>Energia absorvida mínima no ensaio Charpy [J]</b>
$\leq 30$	27
$> 30 \text{ e } \leq 48$	40
$> 48 \text{ e } \leq 56$	54
$> 56 \text{ e } \leq 84$	68

### 3.3 Rotas de Processamento dos Aços ARBL

Aços de alta resistência e baixa liga são principalmente utilizados na forma de produtos usuais (chapas, barras, placas e secções estruturais) comumente fabricados por laminação a quente. Entretanto, a fabricação de produtos ARBL por laminação a quente pode também envolver técnicas especiais de processamento que melhoram ainda mais as propriedades mecânicas. Dentre estas técnicas, incluem-se (ASM, 1990):

- Laminação controlada (controlled rolling);
- Laminação controlada com resfriamento acelerado;
- Têmpera;
- Normalização;
- Reozimento intercrítico.

O desenvolvimento dos aços microligados, particularmente no campo das aplicações estruturais, navais e petrolíferas, se deve basicamente às melhores características de tenacidade desses materiais para níveis relativamente altos de resistência mecânica e boa soldabilidade. Sob este aspecto, a laminação controlada se revelou um tratamento termomecânico indispensável para se conseguirem tais características a partir das ligas microligadas ao Nb, Ti e V (Gorni e Mei, 2003). Há algumas décadas esta técnica de processamento de aços microligados é praticada industrialmente com grande sucesso (Plaut *et al.*, 2009).

### 3.3.1 Laminação Controlada

A laminação a quente tornou-se progressivamente uma operação muito mais estreitamente controlada. De acordo com Batista *et al.* (2003) e Ramírez (2008), nos anos 70 foi introduzido o processo de laminação termomecânica controlada (TMCR) que eliminou o tratamento térmico de normalização no final da laminação, iniciando uma grande era nos aços microligados para tubos API 5L. O processo TMCR fez com que, nos anos 80, o aço API X70 fosse o mais indicado para a construção de dutos. Com a introdução do resfriamento acelerado após a laminação a quente foram produzidos aços com maiores níveis de resistência mecânica, mantendo a tenacidade, como o aço microligado API 5L X80. O processo TMCR combinado com a redução do teor de carbono e com a adição dos elementos de microligas conseguiu aumentar a resistência dos aços, obter boa tenacidade e melhorar a soldabilidade. A laminação controlada está agora sendo cada vez mais aplicada aos aços microligados com composições cuidadosamente escolhidas para proporcionar melhores propriedades mecânicas (ASM, 1990).

A laminação controlada é uma técnica pelo qual os vários estágios de laminação possuem temperaturas controladas, percentual de redução em cada passe pré-determinado e temperatura de acabamento precisamente definida. Esta técnica é amplamente aplicada para obtenção de excelentes propriedades mecânicas, na qual tem resultado em melhores combinações de resistência mecânica e tenacidade além de boa soldabilidade, em aços para sistemas dutoviários, plataformas *offshore* e outras aplicações de engenharia.

De acordo com Plaut *et al.* (2009), o objetivo básico da laminação controlada é o refino dos grãos austeníticos durante o processo de laminação de maneira que finos grãos ferríticos são produzidos durante resfriamento.

Este processamento é dividido em quatro estágios: reaquecimento, desbaste, fase de espera e acabamento. O primeiro estágio (reaquecimento) é importante, visto que controla a quantidade de elementos microligantes dissolvidos e o tamanho de grão inicial. Durante este estágio, a presença dos pequenos carbonitretos não-dissolvidos servirá para manter um pequeno tamanho de grão austenítico. É importante ressaltar que os elementos microligantes dissolvidos estão disponíveis para o controle da recristalização e endurecimento por precipitação em estágios posteriores no processo. A temperatura de reaquecimento é tipicamente entre 1000 e 1150°C.

No segundo estágio (desbaste), a deformação é realizada logo abaixo da temperatura de reaquecimento (entre 950 e 1100°C), numa região onde ocorre recristalização. Este estágio tem a função de refinar o tamanho de grão por sucessiva recristalização entre passes. Precipitados de carbonitretos estáveis são desejados porque eles ancoram os contornos de grão da austenita recristalizada, impedindo assim o crescimento de grão, além de retardar a recristalização. Os efeitos dos vários elementos microligantes sobre o comportamento da recristalização são dependentes de suas relativas solubilidades na austenita. O nióbio é o elemento menos solúvel, apresentando a maior força motriz para precipitação numa dada temperatura, sendo assim, o mais efetivo em impedir o crescimento de grão austenítico durante laminação.

O terceiro estágio (fase de espera) é o período de tempo até que o material atinja a temperatura onde a austenita não mais se recristalizará entre passes.

No quarto estágio (acabamento), a deformação é realizada em duas regiões:

- (I) Entre a temperatura de não recristalização ( $T_{nr}$ ) e  $Ar_3$  – onde a austenita é deformada sem que ocorra recristalização entre passes, sofrendo encruamento que se acumula a cada passe e promovendo maior número de sítios disponíveis para nucleação da ferrita;
- (II) Entre  $Ar_3$  e  $Ar_1$  – a operação de laminação controlada é intensificada repetindo o processo de deformação dentro da região de fases ( $\alpha + \gamma$ ) gerando um maior refinamento de grão. Nesta região, a ferrita sofre encruamento, levando a um aumento da resistência do material. A austenita, por outro lado, sofre um encruamento adicional, aumentando ainda mais o número de sítios para nucleação de ferrita com grão ainda mais fino que na região I.

A figura 3.8, ilustra esquematicamente as etapas de deformação na laminação controlada com as respectivas mudanças microestruturais.

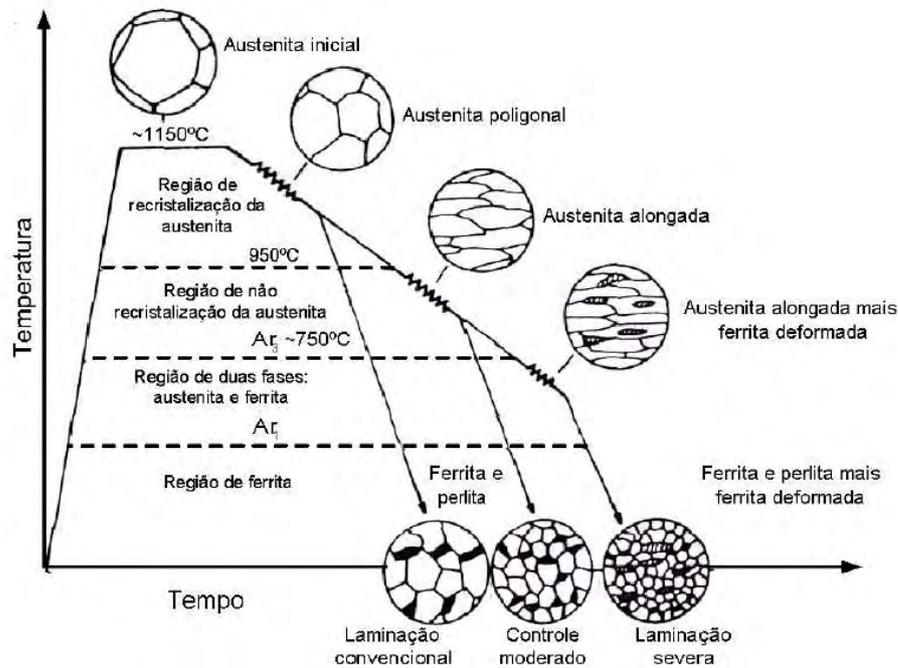


Figura 3.8 - Etapas de deformação durante a laminação controlada (Shiga *et al.*, 1981).

### 3.3.2 Laminação Controlada com Resfriamento Acelerado

O resfriamento acelerado de chapas imediatamente após sua laminação produz combinações excelentes de propriedades mecânicas (Gorni e Silveira, 2006).

Segundo Silva (2009), o desenvolvimento da tecnologia de resfriamento acelerado em conjunto com o processo de laminação controlada veio a suprir a demanda por tubulações de aço cada vez mais resistentes e tenazes. Atualmente, os aços obtidos por esta rota de processamento apresentam excelente resistência mecânica e tenacidade, além de boa soldabilidade devido ao seu baixo teor de carbono (< 0,06%).

A figura 3.9, mostra a evolução das chapas grau API para a fabricação de dutos ao longo dos últimos 40 anos. Pode-se observar que o uso da laminação controlada, a qual foi posteriormente complementada com resfriamento acelerado, permitiu uma progressiva redução do teor de carbono, ao mesmo tempo em que a resistência mecânica do material se elevou do grau X52 para o grau X100 (Gorni e Silveira, 2006).

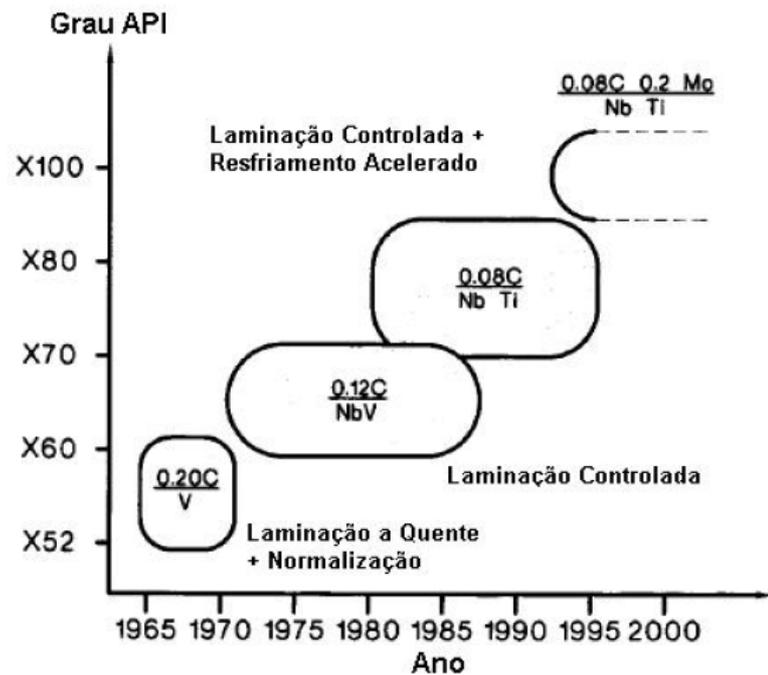


Figura 3.9 - Evolução dos aços API ao longo dos últimos 40 anos (Gorni e Silveira, 2006).

Os aços fabricados por laminação controlada em conjunto com resfriamento acelerado apresentam uma microestrutura mais refinada quando comparada com aquela produzida por apenas laminação controlada, figura 3.10.

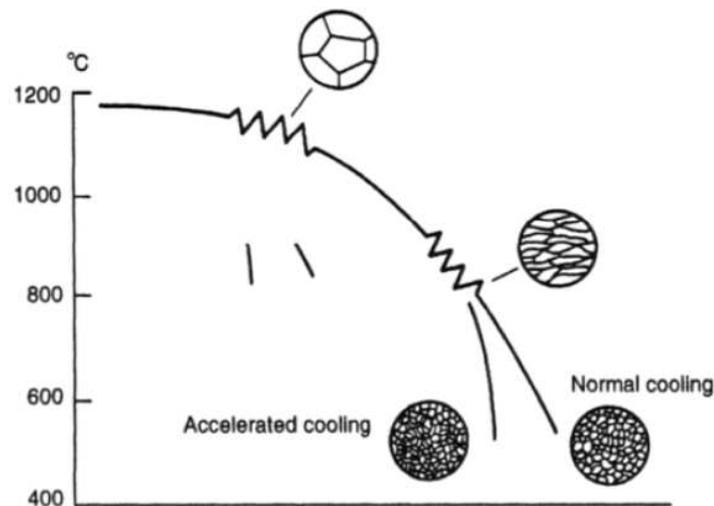


Figura 3.10 - Comparação esquemática entre a laminação controlada e a laminação controlada com resfriamento acelerado (Llewellyn e Hudd, 1998).

Segundo Hillenbrand *et al.* (2001) e Sant' Anna (2006), os parâmetros essenciais no processamento termomecânico controlado são:

- A temperatura de reaquecimento para dissolução dos precipitados de carbonitretos;

- A obtenção de um grão austenítico fino e poligonal por meio de recristalização;
- A temperatura final de laminação dentro da faixa de não recristalização da austenita;
- O grau de deformação final nesta faixa de temperatura.

Se for empregado o processo de resfriamento acelerado, devem-se considerar ainda os seguintes parâmetros:

- A taxa de resfriamento;
- A temperatura final de resfriamento.

Tratamento termomecânico controlado é considerado como a principal via para o desenvolvimento de aços API para dutos, uma vez que fornece uma desejável microestrutura com grãos finos. Além disso, permite uma alta combinação resistência – tenacidade sendo alcançada com resfriamento acelerado (Shanmugam *et al.*, 2007). A microestrutura resultante e, conseqüentemente as propriedades mecânicas, são fortemente dependentes dos parâmetros de tratamento tais como, temperatura de reaquecimento, temperatura de deformação, percentual de deformação, taxa de resfriamento, temperatura final de resfriamento, etc., (Zhao *et al.*, 2002; Xiao *et al.*, 2006; Shanmugam *et al.*, 2007).

### 3.3.3 Mecanismos Relacionados com os Tratamentos Termomecânicos Controlados

#### **Refino microestrutural**

O refino de grãos corresponde a uma das principais técnicas de melhoria da resistência mecânica e tenacidade nos aços. Atualmente, no processamento dos aços ARBL, existem muitas rotas termomecânicas controladas que permitem a obtenção de uma fina microestrutura ferrítica. Entretanto, existe um caminho promissor que seria o desenvolvimento de uma microestrutura ferrítica ultrafina cujo tamanho médio dos grãos é menor que  $3\mu\text{m}$ .

A. Abdollah Zadeh e B. Eghbali (2007) estudaram o efeito da deformação no domínio ( $\alpha + \gamma$ ), no desenvolvimento da microestrutura ferrítica. Na figura 3.11 verifica-se este efeito, partindo de uma estrutura inicial com deformação zero e tamanho de grão  $15\mu\text{m}$  até atingir a estrutura ultrafina com tamanho de grão da ordem de  $2\mu\text{m}$ .

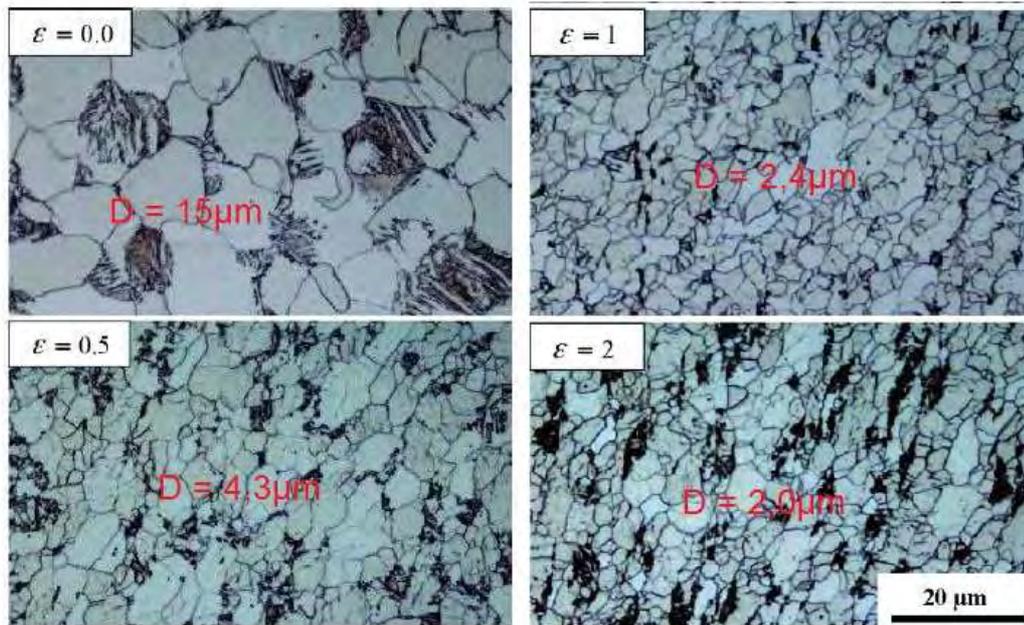


Figura 3.11 - Efeito da deformação sobre o tamanho de grão ferrítico em um aço ARBL (A. Abdollah Zadeh e B. Eghbali, 2007).

De acordo com a figura 3.11, é observado que com o aumento da deformação o tamanho de grão ferrítico é diminuído e a fração volumétrica dos finos grãos de ferrita equiaxial é aumentada. A figura 3.12 mostra as mudanças no tamanho de grão e fração volumétrica dos grãos ferríticos em função da deformação.

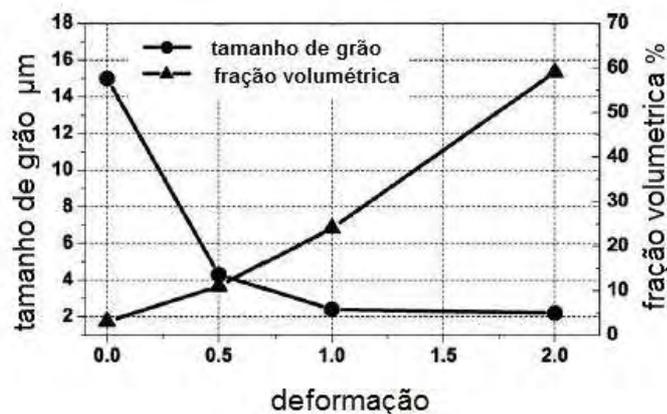
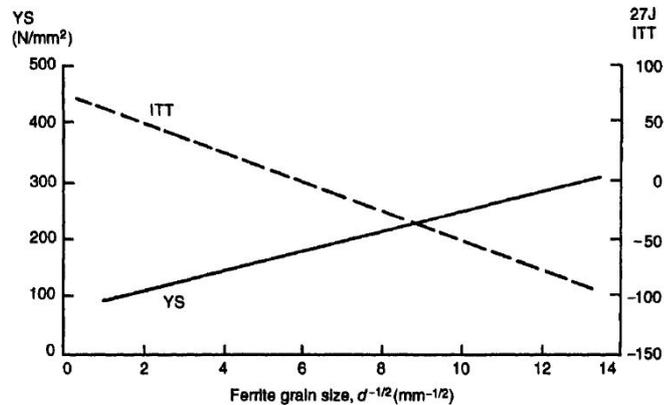


Figura 3.12 - Tamanho de grão e fração volumétrica dos grãos ferríticos em função da deformação (A. Abdollah Zadeh e B. Eghbali, 2007).

Em termos de propriedades mecânicas, o menor tamanho de grão produz maior limite de escoamento e tenacidade nos aços. O aumento no limite de escoamento é regido pela lei de Hall-Petch, que relaciona o limite de escoamento com o diâmetro médio dos grãos. Em relação à tenacidade a fratura, avaliada pela energia absorvida no ensaio de impacto, tem-se

que uma microestrutura composta por grãos finos produz uma rede que dificulta a propagação da trinca, além de fornecer uma menor temperatura de transição, ver figura 3.13.

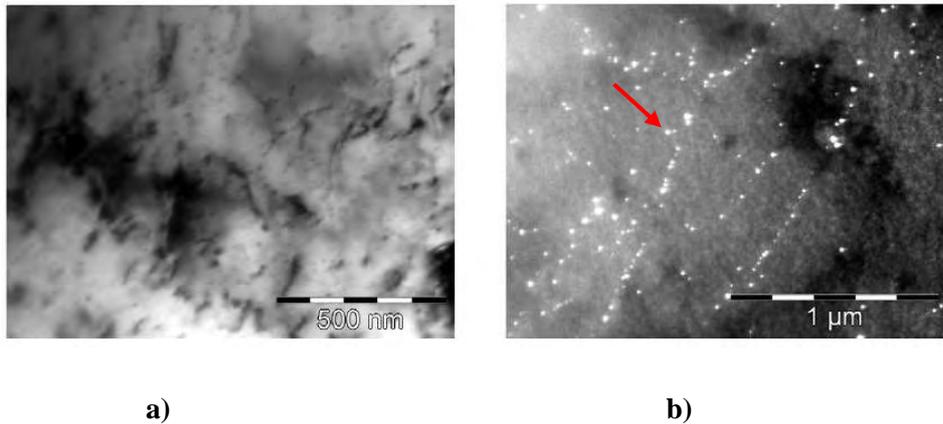


**Figura 3.13 - Efeito do tamanho de grão sobre o limite de escoamento e propriedades de impacto (Llewellyn e Hudd, 1998).**

### Elementos de liga e formação de precipitados

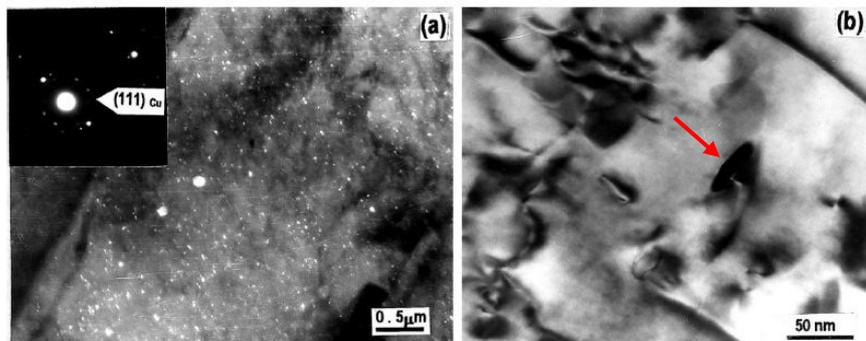
Os precipitados contribuem de forma diferenciada nos mecanismos de aumento de resistência mecânica. Para se conseguir um tamanho de grão austenítico pequeno antes da transformação austenita-ferrita, partículas que precipitem durante a laminação a quente são requeridas. Estas partículas retardam a recristalização possibilitando uma maior deformação do grão. Com uma maior quantidade de pontos de nucleação devido a deformação, há a formação de grãos mais refinados. O excesso de deformação também pode gerar concentração de discordâncias na ferrita e precipitação induzida por deformação.

Os elementos nióbio, vanádio e titânio têm uma forte afinidade por carbono e nitrogênio, formando finos precipitados de nitreto, carbeto e carbonitreto que podem ser vistos apenas por microscopia eletrônica de transmissão, figura 3.14. Estes precipitados também atuam como bloqueadores do movimento das discordâncias promovendo o aumento de resistência mecânica. Este efeito endurecedor é dependente da fração volumétrica, distribuição, forma e tamanho da partícula de precipitado na microestrutura final.



**Figura 3.14 - a) Imagem de campo claro mostrando a presença dos finos precipitados sobre discordâncias e b) imagem de campo escuro mostrando a distribuição aleatória dos precipitados (seta em vermelho) (Show *et al.* 2010).**

Outra alternativa para aumento da resistência mecânica é através da precipitação de cobre. Aços americanos HSLA 80 e HSLA 100 foram desenvolvidos por meio da precipitação de cobre (Cu-ε), tendo, portanto, um maior teor de cobre em sua composição química. Além das propriedades mecânicas elevadas, a resistência a corrosão também foi melhorada (A. Ghosh *et al.* 2003). A figura 3.15 mostra estes finos precipitados bem como sua forma geométrica.



**Figura 3.15 - (a) Imagem de campo escuro de precipitados de cobre e (b) forma geométrica do precipitado (seta em vermelho) (A. Ghosh *et al.* 2003).**

### 3.4 Microestruturas Encontradas nos Aços ARBL

Atualmente, os produtos de transformação bainítica junto com uma variedade de outros produtos de decomposição austenítica, formam parte da microestrutura dos novos aços estruturais de alta resistência e baixa liga (Ferrer, 2003; Silva, 2009). A complexidade da microestrutura desses aços e a dificuldade de identificação de suas fases e microconstituintes originaram certa controvérsia na nomenclatura dos mesmos (Ferrer, 2003).

Em 1991, Araki *et al.* apresentaram uma sugestão de nomenclatura unificada para os diferentes microconstituintes ferríticos. Neste trabalho, realizado com aços de baixo carbono expostos a ciclos de resfriamento contínuo, é relatada a ocorrência da formação de microestruturas desde altas temperaturas até temperaturas mais baixas. Um estudo mais completo, baseado na classificação de Araki, foi desenvolvido pelo comitê da Bainita (*Bainite Committee*) do ISIJ (*The Iron and Steel Institute of Japan*). Neste estudo foram unificadas as nomenclaturas dos mais diversos produtos ferríticos de decomposição austenítica por resfriamento contínuo, junto a outros produtos de transformação que podem se formar. Um quadro com essas nomenclaturas é mostrado na tabela 3.4 (Araki *et al.*, 1991; Krauss e Thompson, 1995; Ferrer, 2003; Ramírez, 2008; Silva, 2009).

**Tabela 3.4 - Simbologia e nomenclatura adotada para classificação da microestrutura de aços ARBL (Araki *et al.*, 1991; Krauss e Thompson, 1995; Ferrer, 2003; Ramírez, 2008; Silva, 2009).**

<b>SÍMBOLO</b>	<b>NOMENCLATURA</b>
<b>Fase Matriz</b>	
$\alpha_p$	Ferrita Poligonal
$\alpha_q$	Ferrita Quase-Poligonal ou Ferrita Massiva
$\alpha_w$	Ferrita de Widmanstätten
$\alpha_B$	Ferrita Granular ou Ferrita Bainítica Granular
$\alpha^0_B$	Ferrita Acicular ou Ferrita Bainítica
<b>Fase Secundária</b>	
$\gamma_r$	Austenita Retida
<b>M/A</b>	Constituinte Martensita-Austenita
$\alpha'M$	Martensita
<b>B</b>	B <sub>U</sub> : Bainita Superior, B <sub>L</sub> : Bainita Inferior
<b>P'</b>	Perlita Degenerada
<b>P</b>	Perlita
$\theta$	Cementita

A seguir será dada uma descrição das principais microestruturas ferríticas encontradas em aços ARBL com base na nomenclatura desenvolvida pelo ISIJ.

### Ferrita Poligonal

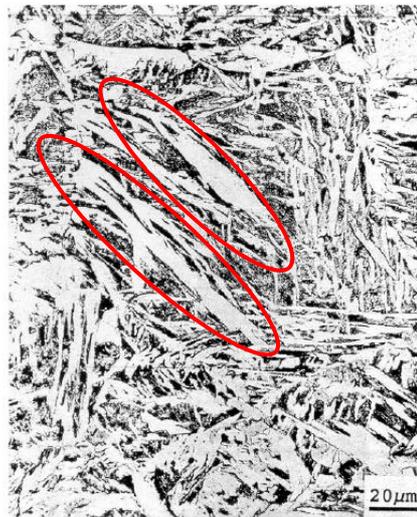
Também chamada de ferrita equiaxial por Krauss e Thompson, esta microestrutura se forma nas maiores temperaturas e menores taxas de resfriamento. É facilmente identificada por microscopia óptica e é caracterizada pela baixa densidade de discordâncias e ausência de subestruturas.



**Figura 3.16 - Ferrita poligonal (grãos claros) formada num aço HSLA-80 transformado isotermicamente a 675 °C por 500s. As regiões escuras correspondem à martensita formada na têmpera após o tratamento isotérmico a 675 °C (Krauss e Thompson, 1995).**

### Ferrita Widmanstätten

É constituída de grãos grosseiros e alongados de ferrita, nucleando nos contornos de grãos austeníticos ou a partir de ferritas poligonais. Possui uma ausente ou quantidade mínima de subestruturas e se forma em maiores taxas de resfriamento e menores temperaturas que a ferrita poligonal.



**Figura 3.17 - Ferrita Widmanstätten (grãos brancos compridos) formada num aço HSLA-80 transformado isotermicamente a 600 °C por 100s. As regiões escuras correspondem à martensita formada na têmpera após o tratamento isotérmico a 600 °C (Krauss e Thompson, 1995).**

### **Ferrita Quase-Poligonal ou Ferrita Massiva**

Formada em aços de muito baixo carbono sob resfriamento rápido, esta microestrutura consiste de grãos ferríticos relativamente grosseiros e irregulares. Diferentemente da ferrita poligonal, a ferrita quase-poligonal tem mostrado por microscopia eletrônica de transmissão, conter alta densidade de discordância, subcontornos e aparentemente constituinte M/A.



**Figura 3.18 - Ferrita quase-poligonal formada num aço de ultra-baixo carbono contendo 0,005% C e 3% Mn resfriado a 50°C/s (Krauss e Thompson, 1995).**

### **Ferrita Acicular ou Ferrita Bainítica**

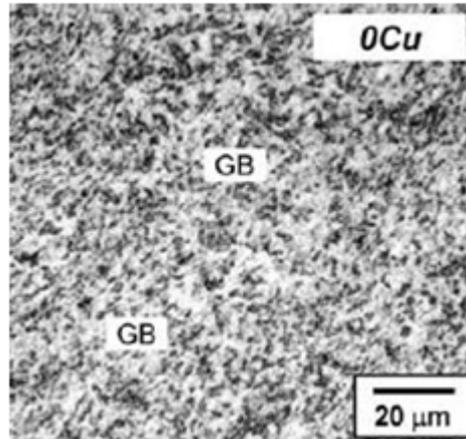
Esta microestrutura é obtida em aços de baixo e ultra-baixo carbono quando submetidos a altas velocidades de resfriamento e consiste de muito finos e alongados grãos ferríticos com uma alta densidade de discordâncias, onde, também é comum, a presença de austenita retida e/ou constituinte M/A. Os contornos originais austeníticos são preservados. Atualmente esta microestrutura tem sido alvo de muitos estudos, pois a mesma propicia aos aços de baixo e ultra-baixo carbono microligados uma ótima combinação de resistência mecânica (limite de escoamento e limite de resistência) e tenacidade (energia absorvida no ensaio de impacto e temperatura de transição), (Bhadeshia, 2001), o que em termos de aplicação prática possibilitam a fabricação de aços que atendam à condições ainda mais severas de trabalho.



**Figura 3.19 - Ferrita acicular formada por transformação isotérmica de um aço HSLA-80 contendo cobre, transformado a 500°C por 5000s (Krauss e Thompson, 1995).**

### **Ferrita Granular**

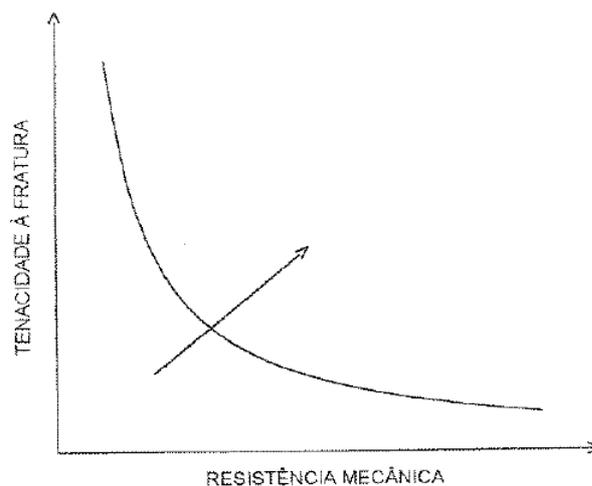
A ferrita granular, ou ferrita bainítica granular, possui muitas similaridades com a ferrita acicular, entretanto são morfologicamente diferentes. Esta microestrutura se forma no mesmo intervalo de temperatura de transformação da ferrita acicular, mas com uma velocidade de resfriamento um pouco menor e consiste de finos cristais de ferrita com a forma granular contendo uma alta densidade de discordâncias. Similarmente à ferrita acicular, é comum nesta microestrutura a presença de austenita retida e/ou constituinte M/A.



**Figura 3.20 - Ferrita granular, também conhecido como bainita granular (GB), em um aço com 0,07%C (Hwang *et al.* 2010).**

### 3.5 Influência de Tratamentos Termomecânicos na Microestrutura e Propriedades Mecânicas dos Aços ARBL

Classicamente, existe uma relação inversa entre a tenacidade à fratura e a resistência mecânica. Verifica-se portanto, para um dado material, alta tenacidade à fratura para uma baixa resistência mecânica, e vice-versa, como representado pela figura 3.21. O mais desejável melhoramento consiste em deslocar a curva no sentido da seta, para que o material possa exibir ao mesmo tempo maior tenacidade à fratura e resistência mecânica (Hertzberg, 1983).



**Figura 3.21 - Relação inversa entre a tenacidade à fratura e a resistência mecânica (adaptado de Hertzberg, 1983).**

O refino microestrutural, assim como a obtenção de microestruturas ótimas, ou mistura de ambas, representam oportunidades pelas quais os aços ARBL podem alcançar,

simultaneamente, maiores valores de resistência mecânica e tenacidade. Microestruturas como ferrita acicular, bainita, ferrita granular ou até mesmo uma mistura destas estruturas, são caracterizadas por produzirem uma excelente combinação destas propriedades (resistência mecânica e tenacidade).

Zhao *et al.* (2002) estudaram a influência de tratamentos termomecânicos sobre a microestrutura e propriedades mecânicas de um aço comercial para dutos aplicados na indústria do petróleo de composição química 0,07%C, 0,25%Si, 0,9%Mn, 0,2%Cu, 0,2%Ni, 0,04%Nb, 0,04%V, 0,015%Ti, 0,023%Al, 15ppmS, 70ppmP, 40ppmO, 40ppmN. Os corpos de prova com 40 mm de espessura foram aquecidos a 1200°C e mantidos por 1h. Logo após foram submetidos à dois estágios de laminação controlada. O primeiro estágio na região de recristalização da austenita e o segundo na região de não recristalização acima do Ar<sub>3</sub>. A espessura final após a laminação foi de 8 mm. Então as placas laminadas foram imediatamente resfriadas a taxas controladas de 10-30°C/s para aproximadamente 500°C. Após o resfriamento controlado, os corpos de prova foram colocados num forno a 500°C durante 1h e resfriados.

As microestruturas de todos os corpos de prova foram compostas principalmente de ferrita poligonal e/ou ferrita acicular. Com relação às propriedades mecânicas, foi verificado que ambas, resistência mecânica e tenacidade, foram melhoradas com relação ao aço laminado comercialmente que exibiu uma microestrutura ferrita-perlita. Neste trabalho, foi concluído que os tratamentos termomecânicos exercem forte influência sobre a microestrutura e propriedades mecânicas dos aços para dutos. Através de uma análise de regressão de todos os dados experimentais foi observado que o limite de escoamento aumentou com o crescimento da temperatura de início de laminação ( $T_s$ ) e taxa de resfriamento ( $V_c$ ) e diminuição da temperatura final de laminação ( $T_f$ ) e temperatura final de resfriamento ( $T_c$ ), enquanto que o alongamento aumentou com o crescimento de  $V_c$  e diminuição de  $T_s$ ,  $T_f$  e  $T_c$ . Entre todos os resultados, as melhores propriedades mecânicas foram conseguidas utilizando  $T_s$ ,  $T_f$ ,  $T_c$  e  $V_c$  de 1100, 886, 520 e 30°C/s, respectivamente. Foi concluído que a melhoria das propriedades mecânicas está relacionada com a presença de ferrita acicular na microestrutura. Quanto maior a quantidade de ferrita acicular maiores são as propriedades mecânicas obtidas.

Hwang *et al.* (2005), correlaciona a tenacidade com a microestrutura de três aços laminados API X70 onde a composição química pode ser visto na tabela 3.5. Estes aços apresentam variações no percentual de C, Cu e Mo e foram laminados acima e abaixo do Ar<sub>3</sub>,

domínios  $\gamma$  e  $\alpha + \gamma$ , respectivamente, e aplicados diferentes taxas de resfriamento que variaram de 7 à 20°C/s.

**Tabela 3.5 - Composição química dos aços API X70 estudados por Hwang *et al.* (2005).**

Aço	C	Si	Mn	Cu + Ni + Mo	Nb + V + Ti	N
A	0,075	0,26	1,54	0,63	0,095 a 0,105	≤0,005
B	0,07	0,25	1,55	0,48	0,095 a 0,105	≤0,005
C	0,046	0,26	1,51	0,55	0,095 a 0,105	≤0,005

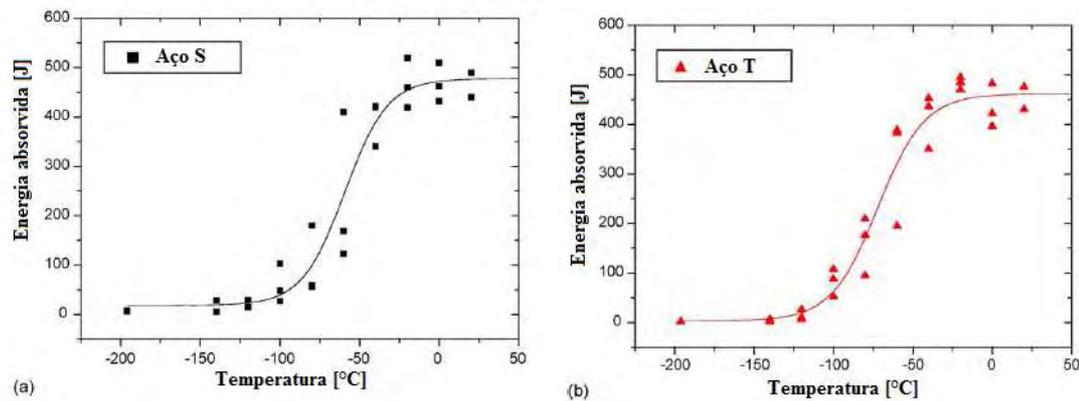
Foram encontradas microestruturas diversas, caracterizadas como: ferrita poligonal, ferrita quase-poligonal, ferrita de Widmanstätten, ferrita acicular, ferrita granular, ferrita-bainítica, martensita, austenita retida, constituinte M/A e cementita, dependendo das condições de laminação e resfriamento.

A partir dos resultados encontrados neste trabalho, foi verificado que as amostras do aço C, com menores teores de carbono (C) e molibdênio (Mo), laminadas no domínio puramente austenítico, apresentaram os maiores patamares de tenacidade e menores temperaturas de transição (TT). De maneira geral, os aços laminados no domínio puramente austenítico apresentaram melhor tenacidade que aqueles laminados no domínio austenítico-ferrítico.

Shin *et al.* (2006) estudaram a tenacidade à fratura e as propriedades de tração de um aço API X70 de composição química 0,075%C, 0,26%Si, 1,54%Mn, 0,16%Cu, 0,23%Ni, 0,24%Mo, 0,056%Nb, 0,03%V, 0,017%Ti, 0,0052%N. Este material foi austenitizado a 1200°C seguido de um estágio de laminação no domínio austenítico, acima do  $A_{r3}$ , ou no domínio bifásico ( $\alpha + \gamma$ ), abaixo do  $A_{r3}$ . Logo após, o material foi resfriado aceleradamente para aproximadamente 400°C. Por conveniência, o aço laminado no domínio monofásico foi referenciado como “S”, enquanto que o laminado no domínio bifásico, referenciado como “T”.

A análise microestrutural revelou que o aço S era composto principalmente de ferrita acicular junto com uma pequena quantidade de ferrita quase-poligonal, austenita retida e constituinte M/A, enquanto que o aço T, composto principalmente de ferrita poligonal, uma quantidade considerável de ferrita acicular e uma pequena quantidade de constituinte M/A.

Neste trabalho, foram realizados ensaios de tração com corpos de prova em temperaturas de  $-140^{\circ}\text{C}$  à temperatura ambiente. O limite de escoamento e o limite de resistência aumentaram com a diminuição da temperatura. Os valores de limite de escoamento, limite de resistência e razão de escoamento do aço S foram maiores do que aqueles do aço T, enquanto que o alongamento foi menor. Também foram realizados ensaios de impacto Charpy em temperaturas de  $-196^{\circ}\text{C}$  à temperatura ambiente, ver figura 3.22.



**Figura 3.22 - Variação da energia de impacto Charpy dos aços a) S e b) T no intervalo de temperatura de  $-196^{\circ}\text{C}$  a temperatura ambiente (Shin *et al.* 2006).**

Em outro trabalho, Shin *et al.* (2007) compara as propriedades mecânicas e microestruturas de dois aços API X70 e um X80 submetido à três tratamentos termomecânicos diferentes. A tabela 3.6 mostra a composição química destes aços.

**Tabela 3.6 - Composição química dos aços API X70 e X80 (Shin *et al.* 2007).**

Aço	C	Si	Mn	Ni + Mo	Nb + Ti	Al	P + N [ppm]
A	0,062	0,311	1,56	0,2	0,06	0,023	<100
B	0,045	0,297	1,56	0,37	0,06	0,031	<100
C	0,073	0,23	1,76	0,56	0,05	0,033	<100

As rotas de tratamento utilizadas neste trabalho são mostradas na figura 3.23. Após a etapa de laminação os aços foram resfriados rapidamente para temperaturas entre  $440$  e  $510^{\circ}\text{C}$ . Os aços referidos como A e B são API X70, o C é API X80. Os ensaios de tração foram realizados à temperatura ambiente. Os ensaios de impacto Charpy foram realizados em temperaturas de  $-196^{\circ}\text{C}$  à temperatura ambiente.

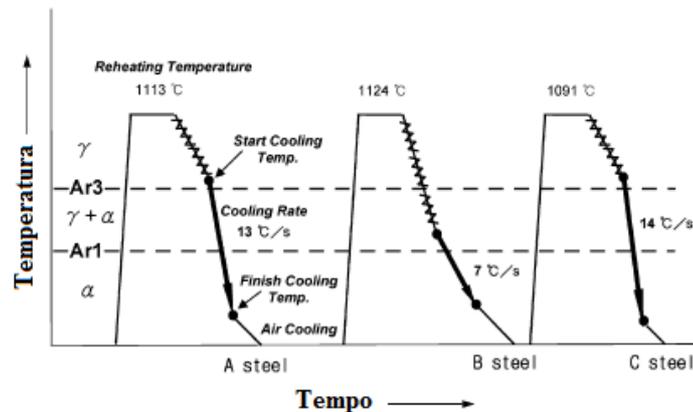


Figura 3.23 - Diagrama esquemático dos tratamentos termomecânicos utilizados por Shin *et al.* (2007).

A análise microestrutural revelou que o aço A era constituído de ferrita acicular e ferrita granular, com a presença de uma pequena quantidade de constituinte M/A. O aço B era composto principalmente de ferrita poligonal, com a presença de ferrita acicular e bainita superior e uma pequena quantidade de M/A e cementita. O aço C era composto de ferrita acicular e bainita superior, com uma pequena quantidade de M/A.

Com relação às propriedades de tração foi verificado que o aço B apresentou menor limite de escoamento e limite de resistência que o aço A, mas um maior alongamento. O aço C tem maior limite de escoamento e limite de resistência que os aços A e B, mas menor alongamento. A razão de escoamento dos três aços foi aproximadamente o mesmo.

A tabela 3.7 mostra os resultados do ensaio de impacto Charpy dos três aços estudados.

Tabela 3.7 - Resultados do ensaio de impacto Charpy (Shin *et al.* 2007).

Aço	Patamar superior de energia [J]	Temperatura de transição [°C]
A	244	-79
B	194	-99
C	200	-97

Nestes dois trabalhos foi concluído que os melhores resultados de tenacidade à fratura são obtidos em microestruturas com menor fração volumétrica de fases duras, como o constituinte M/A, e menor tamanho efetivo de grão.

Kim *et al.* (2008) estudaram a influência de tratamentos termomecânicos na formação da microestrutura ferrita acicular em dois aços onde suas composições químicas podem ser visto na tabela 3.8.

Tabela 3.8 - Composição química dos aços estudados por Kim *et al.* (2008).

Aço	C	Si	Mn	Nb + Ti	Outros
A	0,05	0,242	1,79	0,05	0,25Ni-Mo-Ca
B	0,2	1,95	1,5	0,05	1,17Cu-1,0Ni-Ca

O aço A tem composição química similar aos aços comerciais API X70-X80, já o aço B é um convencional TRIP com maiores teores de Si, Ni e Cu.

Neste trabalho foram utilizadas duas condições de processamento termomecânico diferentes: (a) tratamento sob resfriamento contínuo (processo 1) e (b) tratamento isotérmico (processo 2), conforme mostradas nos diagramas da figura 3.24.

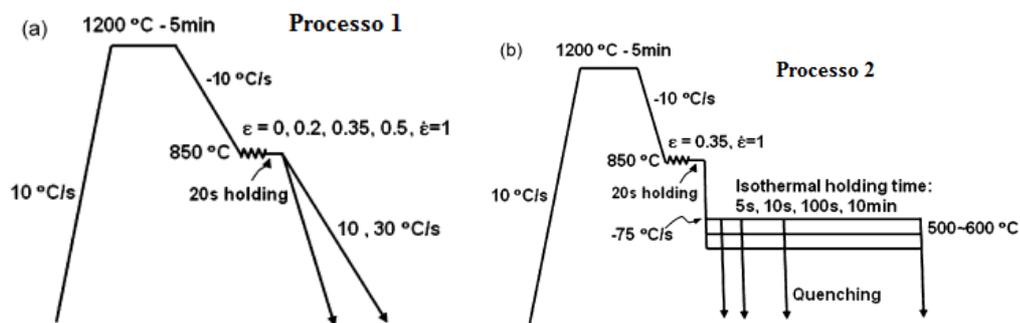


Figura 3.24 - Diagramas esquemáticos dos processamentos termomecânicos utilizados por Kim *et al.* (2008).

Com respeito ao processo 1, foi verificado para o aço A que quanto maior a deformação aplicada maior foi a quantidade de ferrita acicular obtida, chegando próximo de 90% quando a deformação foi de 55%. Com relação ao aço B, não foi verificado a formação significativa da ferrita acicular em nenhuma das deformações e taxas de resfriamento utilizadas. Isto foi justificado em virtude de que o aço B possui uma maior quantidade de elementos estabilizadores da austenita como Ni e Cu que dificultam a formação da ferrita acicular.

Com respeito ao processo 2, foi verificado para o aço A que a melhor condição para a formação da ferrita acicular é mantido à 600°C durante aproximadamente 13s. Já para o aço B, a melhor condição é mantido à 500°C em aproximadamente 364s.

Neste trabalho, Kim *et al.* propuseram, baseado na transformação isotérmica, o seguinte mecanismo de formação da ferrita acicular em aços para dutos: ferrita acicular nucleia em sítios dentro dos grãos austeníticos por um mecanismo de cisalhamento. O crescimento ocorre

pela formação de núcleos secundários nas interfaces da ferrita acicular pré-existentes. Neste estágio, como a ferrita acicular é formada em temperaturas um pouco mais altas, os átomos de carbono, supersaturado nesta microestrutura, podem se dividir com a austenita residual adjacente para manter uma composição de equilíbrio. Finalmente, a transformação é finalizada quando a austenita enriquecida de carbono torna-se estável na temperatura de transformação. Em resumo, a ferrita acicular apresenta um comportamento de transformação similar a bainita, ou seja, sua formação é governada por um mecanismo misto de cisalhamento e difusão. A diferença é que a bainita nucleia nos contornos de grão da austenita e a ferrita acicular, em aços de baixo carbono, nucleia em sítios de nucleação dentro do grão austenítico, tais como subestruturas de discordâncias, ver figura 3.25.

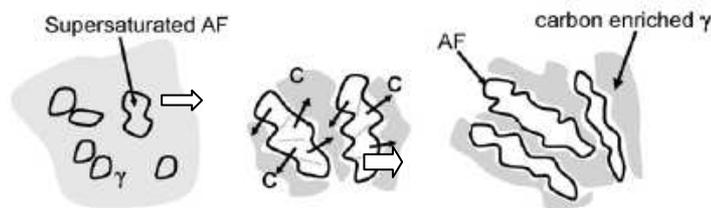


Figura 3.25 - Mecanismo de formação da ferrita acicular proposto por Kim *et al.* (2008).

Em outro trabalho, Wang *et al.* (2009) utiliza um aço comercial API X70 e um ARBL desenvolvido em laboratório, designados como A e B, respectivamente. Estes aços foram submetidos a dois estágios de laminação e resfriamento a 20°C/s. A composição química dos aços é mostrada na tabela 3.9.

Tabela 3.9 - Composição química dos aços estudados por Wang *et al.* (2009).

Aço	C	Si	Mn	Mo	NbVTi	P[ppm]	S[ppm]	O[ppm]	N[ppm]
A	0,08	0,2	1,45	-	0,095	120	50	20	50
B	0,025	0,24	1,56	0,32	0,058	20	6	43	62

Foi verificado que o aço A era composto principalmente por ferrita poligonal, e um pouco de ferrita quase-poligonal e perlita, enquanto o aço B, composto por ferrita quase-poligonal, ferrita granular, ferrita bainítica, e um pouco de ferrita poligonal.

Com relação às propriedades mecânicas, o limite de escoamento do aço A foi superior a 483MPa, satisfazendo a exigência da especificação API X70. Enquanto que o limite de escoamento do aço B atingiu 625MPa. Entretanto, a razão de escoamento e a ductilidade dos dois aços foram quase as mesmas, apesar das diferentes microestruturas. Os dois aços mostraram boa tenacidade, apresentando uma energia absorvida média a 0°C de 130J e

temperatura de transição menor que  $-120^{\circ}\text{C}$ . Comparando os dois aços, o aço B apresentou melhores valores de energia absorvida e menor temperatura de transição que o aço A. Foi concluído que as melhores propriedades de tração e tenacidade a fratura do aço B resultaram de seu menor tamanho de grão e maior densidade de discordâncias e subcontornos.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Materiais

O material utilizado neste trabalho foi retirado de tubos de aço API 5L X70 com espessura de 10,8 mm e diâmetro nominal de 20”, ver figura 4.1. Este tubo foi cedido pela Petrobrás (CEMPES) sendo utilizado em risers de plataformas marítimas de petróleo. A composição química da chapa utilizada no tubo, conforme o fabricante USIMINAS, é apresentada na tabela 4.1.



Figura 4.1 - Tubo API 5L X70 cedido pela Petrobrás.

Tabela 4.1 - Composição química do aço API 5L X70 conforme o fabricante USIMINAS (% massa).

C	Mn	Cr	Cu	Ni	Si	Nb	Mo	Al	P	Ti	V	W	S	C <sub>eq</sub>
0,03	1,52	0,29	0,23	0,15	0,14	0,09	0,04	0,03	0,01	0,01	<0,01	<0,01	0	0,36

#### 4.1.1 Fabricação dos Corpos de Prova Utilizados nos Tratamentos Termomecânicos

Os corpos de prova utilizados nos tratamentos termomecânicos foram fabricados mediante três operações de usinagem: serragem, aplainamento e fresamento.

Na operação de serragem foram cortados 36 corpos de prova na direção longitudinal dos tubos, que devido à geometria, não possuíam as faces planas, figuras 4.2 e 4.3. Desta forma, foi utilizada a operação de aplainamento para conferir aos corpos de prova faces planas e perpendiculares, figura 4.4.



**Figura 4.2 - (a) Serra utilizada no corte dos corpos de prova. (b) Cortes realizados na direção longitudinal dos tubos.**



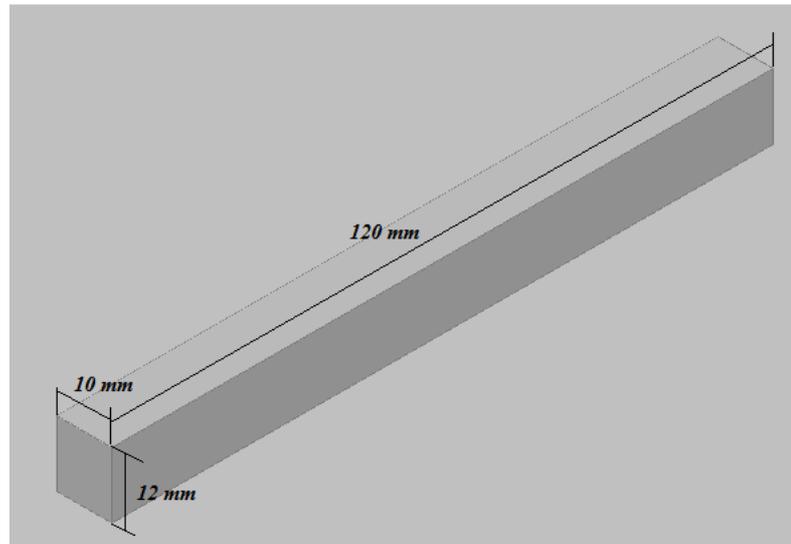
**Figura 4.3 - Corpos de prova oriundos dos cortes realizados nos tubos de aço API X70 na direção longitudinal.**



**Figura 4.4 - Corpos de prova na operação de aplainamento.**

A operação de fresamento foi realizada com o objetivo de garantir precisão nas medidas dos corpos de prova e melhor acabamento superficial. A fresadora foi do tipo vertical sendo utilizada uma fresa de topo com uma rotação de 80rpm e avanço de 19mm/min. Após esta

última operação os corpos de prova ficaram com dimensões média de (10 X 12 X 120)mm, figura 4.5.



**Figura 4.5 - Desenho esquemático mostrando a geometria dos corpos de prova para os tratamentos termomecânicos.**

#### 4.1.2 Tratamentos Termomecânicos

Foram realizadas 5 rotas de tratamentos com etapas de aquecimento iguais mas trajetórias que envolveram: resfriamento em substrato metálico, resfriamento em água, deformação e banhos de chumbo. Os corpos de prova foram inicialmente aquecidos a 950°C e mantido por 15 minutos, temperatura esta selecionada no diagrama Fe-Fe<sub>3</sub>C para um aço com 0,03% de carbono e com um acréscimo de 50°C para garantir a perfeita austenitização. Para esta etapa foi utilizado um forno do tipo mufla da marca QUIMIS modelo 318 M24, onde antes da realização dos experimentos, foi mantido por 2 horas a 950°C para uniformização da temperatura. Para os banhos de chumbo foi utilizado um segundo forno, do mesmo modelo citado acima, que continha chumbo em um reservatório para imersão dos corpos de prova nos experimentos que contemplassem o banho para tratamento isotérmico. Em alguns tratamentos, os corpos de prova sofreram uma deformação de 15% na espessura sendo utilizado um laminador do tipo ourives com taxa de deformação de 1,6s<sup>-1</sup>. A tabela 4.2 define as rotas termomecânicas utilizadas neste trabalho.

Tabela 4.2 - Rotas termomecânicas utilizadas nos experimentos.

Rota	Descrição
1	Austenitização a 950°C durante 15 minutos sendo seguido de resfriamento no substrato metálico à temperatura ambiente.
2	Austenitização a 950°C durante 15 minutos sendo seguido de resfriamento em água à temperatura ambiente.
3	Austenitização a 950°C durante 15 minutos sendo seguida de deformação no laminador de 15% e na sequência resfriamento em água à temperatura ambiente.
4	Austenitização a 950°C durante 15 minutos sendo seguida de deformação no laminador de 15%, posteriormente imersão em banho de chumbo a 450°C durante 15 segundos e na sequência resfriamento em água à temperatura ambiente.
5	Austenitização a 950°C durante 15 minutos sendo seguida de deformação no laminador de 15%, posteriormente imersão em banho de chumbo a 550°C durante 15 segundos e na sequência resfriamento em água à temperatura ambiente.

A figura 4.6 mostra o forno e o laminador utilizados nos experimentos.

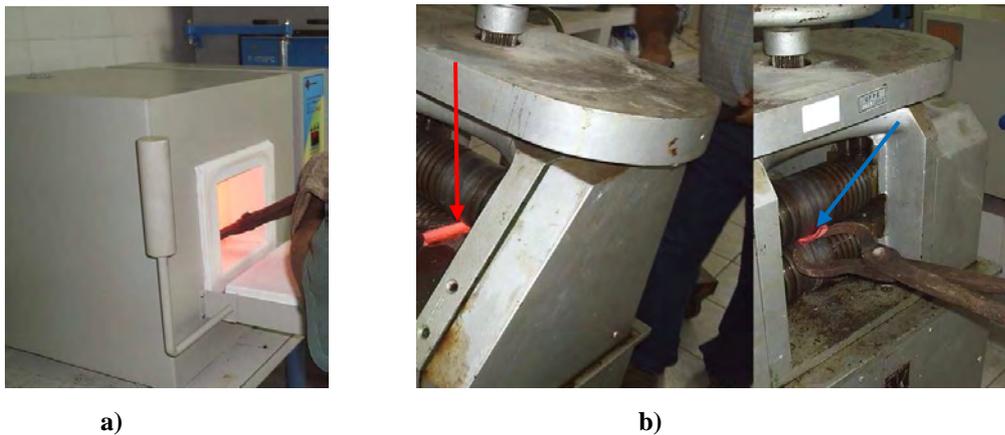


Figura 4.6 - Forno e laminador utilizados nos experimentos. a) Corpo de prova sendo retirado do forno para austenitização a 950°C. b) Corpo de prova entrando (seta em vermelho) e saindo (seta azul) do laminador.

## 4.2 Métodos

### 4.2.1 Análise Microestrutural

#### 4.2.1.1 Microscopia Óptica (MO)

Após os tratamentos termomecânicos, amostras da seção transversal dos corpos de prova foram cortados para análise microestrutural. Inicialmente esta análise foi feita por microscopia óptica, que devido a disponibilidade e a praticidade com que se obtém os resultados, é uma técnica bastante utilizada na caracterização dos aços. As amostras foram preparadas por metalografia tradicional, tendo início com o embutimento a frio das amostras

em resina acrílica, seguido de lixamento com granulometrias na seguinte sequência: 220, 400, 600 e 1000 mesh. Após o lixamento, as amostras foram polidas com pasta diamantada de 1 $\mu$ m e em seguida atacadas com uma solução de nital a 5% por um tempo médio de 15 segundos. Após o ataque, as amostras foram lavadas com água e secadas para observação no microscópio. Amostras de todas as rotas termomecânicas e do material como recebido foram analisadas. O microscópio utilizado foi o Olympus BX51 com uso de luz polarizada, pertencente ao Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco.

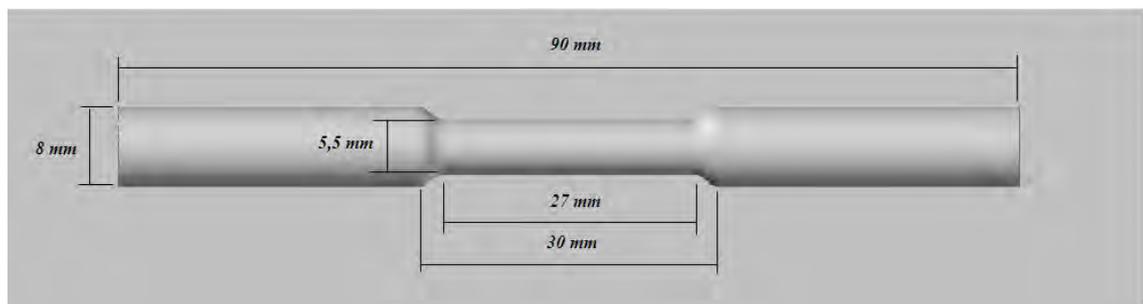
#### 4.2.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Após a análise por microscopia óptica, as amostras foram extraídas do embutimento, polidas novamente, atacadas com a solução de nital a 5% por um tempo médio de 5 segundos, lavadas com água e secadas para análise por microscopia eletrônica de varredura. O microscópio utilizado foi o JEOL JSM 5900 (*Scanning Electron Microscope*), pertencente ao Departamento de Física da Universidade Federal de Pernambuco.

#### 4.2.2 Ensaio Mecânicos

##### 4.2.2.1 Ensaio de Tração

Foram utilizados 3 corpos de prova cilíndricos, de acordo com a norma ASTM A370, para cada rota termomecânica além do material como recebido, e ensaiados a temperatura ambiente numa máquina de tração servo-hidráulica equipada com célula de carga de 100KN, precisão de 1N, taxa de deformação de 1mm/min, da marca INSTRON modelo 8801 com software de aquisição de dados do próprio fabricante, pertencente ao Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco. Estes corpos de prova foram fabricados por torneamento apresentando as dimensões médias mostradas na figura 4.7.



**Figura 4.7 - Desenho esquemático mostrando as dimensões médias dos corpos de prova de tração.**

#### 4.2.2.2 Ensaio de Impacto Charpy

Para estudar a influência dos tratamentos termomecânicos na tenacidade a fratura do aço API 5L X70 foram utilizados 6 corpos de prova entalhados (entalhe em V) para o ensaio de impacto Charpy em cada rota termomecânica e material como recebido. Estes corpos de prova foram fabricados por fresamento com dimensões finais de (10 X 10 X 55)mm, de acordo com a norma ASTM A370, e ensaiados num pêndulo PANANTEC ATMI modelo PCD-300 com capacidade de 300J, pertencente a empresa Simisa – unidade Cabo de Santo Agostinho. As temperaturas de ensaio foram 20°C (temperatura ambiente) e 0°C, ensaiando 3 corpos de prova para cada temperatura. Para atingir a temperatura de 0°C os corpos de prova foram imersos numa solução a aproximadamente -20°C, composta de álcool, sal, gelo e água, e nela mantidos por aproximadamente 5 minutos. Após este período, o corpo de prova era posicionado na máquina de ensaios e o pêndulo liberado imediatamente após a temperatura atingir  $(0 \pm 1)^\circ\text{C}$ . Para não haver aquecimento durante manuseio, o posicionamento do corpo de prova na máquina de ensaios era feito com uma pinça, cuja extremidade também era mantida imersa na solução. A temperatura de ensaio foi monitorada com um pirômetro ótico de emissividade ajustável.

#### 4.2.3 Análise das Fraturas

As fraturas dos corpos de prova de tração e de impacto Charpy foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura com o objetivo de estudar o efeito dos tratamentos termomecânicos na mecanismo de fratura do aço API 5L X70. O microscópio utilizado foi o JEOL JSM 5900 (*Scanning Electron Microscope*), pertencente ao Departamento de Física da Universidade Federal de Pernambuco.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Análise Microestrutural

#### 5.1.1 Microscopia Óptica (MO)

As microestruturas produzidas pelas rotas termomecânicas, analisadas por microscopia óptica, são mostradas nas figuras 5.1 a 5.5, onde foi utilizado um aumento de 1000 vezes. Nesta escala de observação, em algumas microestruturas se conseguiu caracterizar alguns grãos ferríticos bem como os contornos de grão. Todavia, para uma análise mais apurada são necessárias outras técnicas mais avançadas como a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). Neste trabalho as microestruturas obtidas pelas rotas termomecânicas também foram analisadas por MEV e discutidas no tópico 5.1.2.

A figura 5.1 representa a microestrutura oriunda da rota 1 onde é verificado a presença de grãos ferríticos de vários tamanhos com contornos levemente enriquecidos por perlita (setas em amarelo). Nesta microestrutura é possível identificar facilmente os contornos de grão.

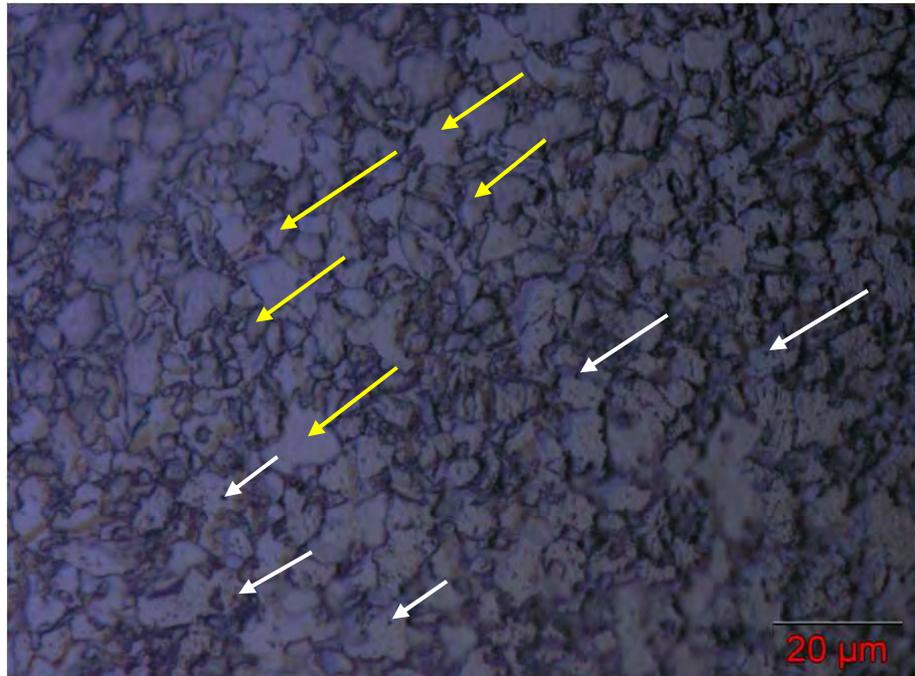
A figura 5.2 representa a microestrutura oriunda da rota 2 onde, assim como observado na micrografia da rota 1, contém finos grãos de ferríticos (setas em amarelo). Nesta microestrutura também é possível identificar alguns contornos de grão enriquecidos de perlita.

Já na microestrutura oriunda da rota 3, figura 5.3, não é possível a identificação das fases e microconstituintes bem como dos contornos de grão. Entretanto, tanto na microestrutura oriunda da rota 2 quanto da rota 3, é de se esperar a presença de ferrita acicular e ferrita granular, em virtude da aplicação de resfriamento rápido (têmpera em água, rota 2) e deformação seguido de resfriamento rápido (deformação no laminador seguido de têmpera em água, rota 3) (Krauss e Thompson, 1995; A. Ghosh et al., 2003; Xiao et al., 2006; Kim et al., 2008).

Assim como na micrografia da rota 3, na microestrutura produzida pela rota 4, figura 5.4, também não foi possível a identificação das fases e contornos de grão. Já na microestrutura produzida pela rota 5, figura 5.5, é observado grãos ferríticos como também os contornos de grão enriquecidos. De acordo com Fuentes et al. (2003) e Kim et al. (2008), também é de se esperar nas microestruturas das rotas 4 e 5 a presença de ferrita acicular e ferrita granular, em virtude da combinação de deformação seguido tratamento isotérmico em

temperaturas entre 400 e 600°C (deformação no laminador seguido de tratamento térmico em banhos de chumbo a 450 e 550°C, rotas 4 e 5 respectivamente).

Nesta escala de observação, não foi possível a identificação de microestruturas típicas encontradas nos aços ARBL, como exemplo, ferrita acicular, ferrita granular e o constituinte formado por martensita em conjunto com austenita retida, conhecido por constituinte M/A. Entretanto, em todas as microestruturas são observados pequenos pontos pretos (setas em branco) sugerindo ser possíveis pontos de constituinte M/A.



**Figura 5.1 - Micrografia por MO produzida pela rota 1 (austenitização a 950°C + resfriamento em substrato metálico à temperatura ambiente). 1000X.**

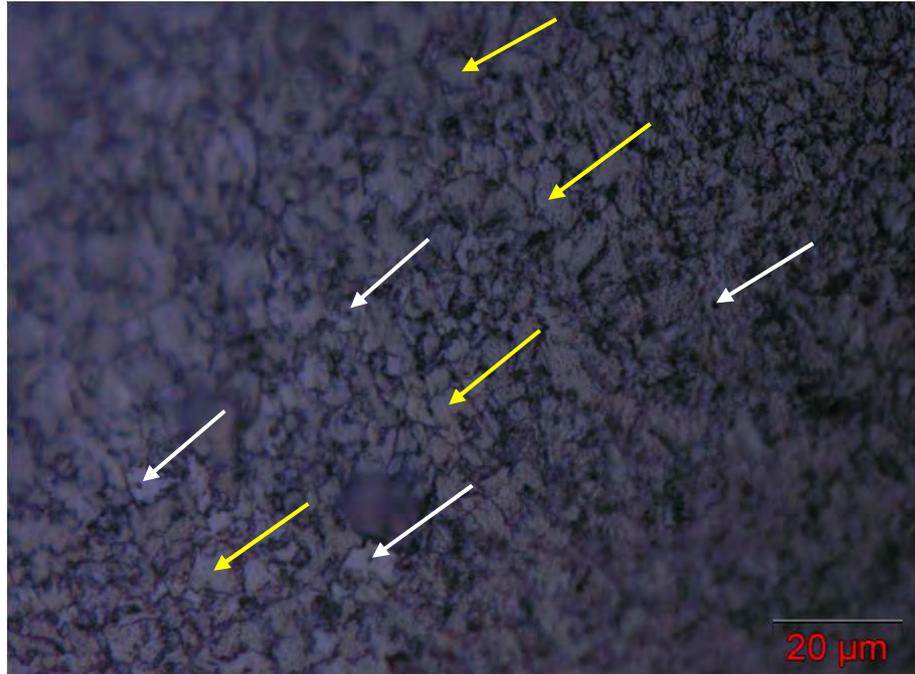
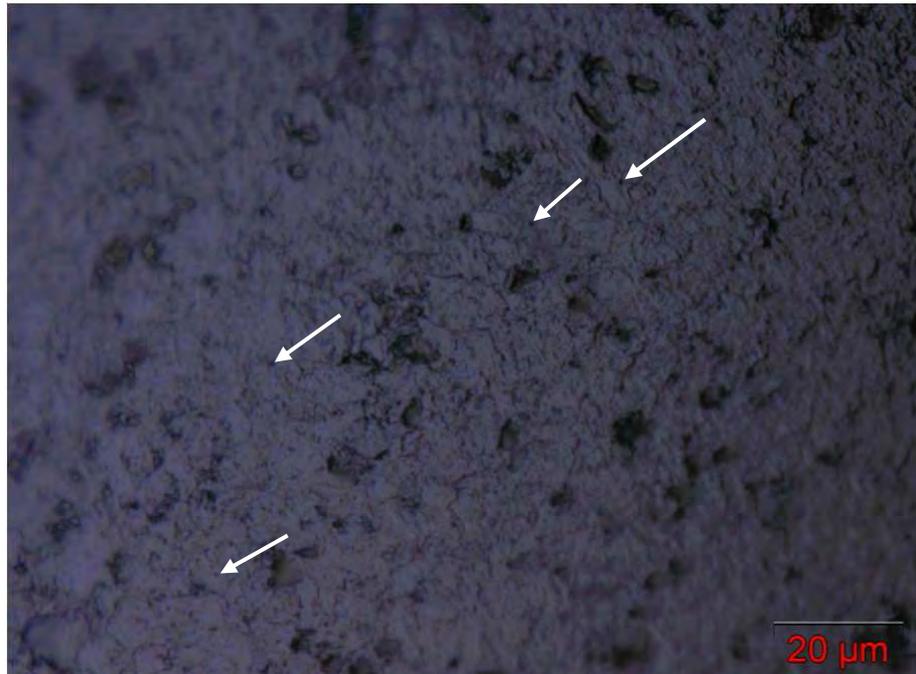


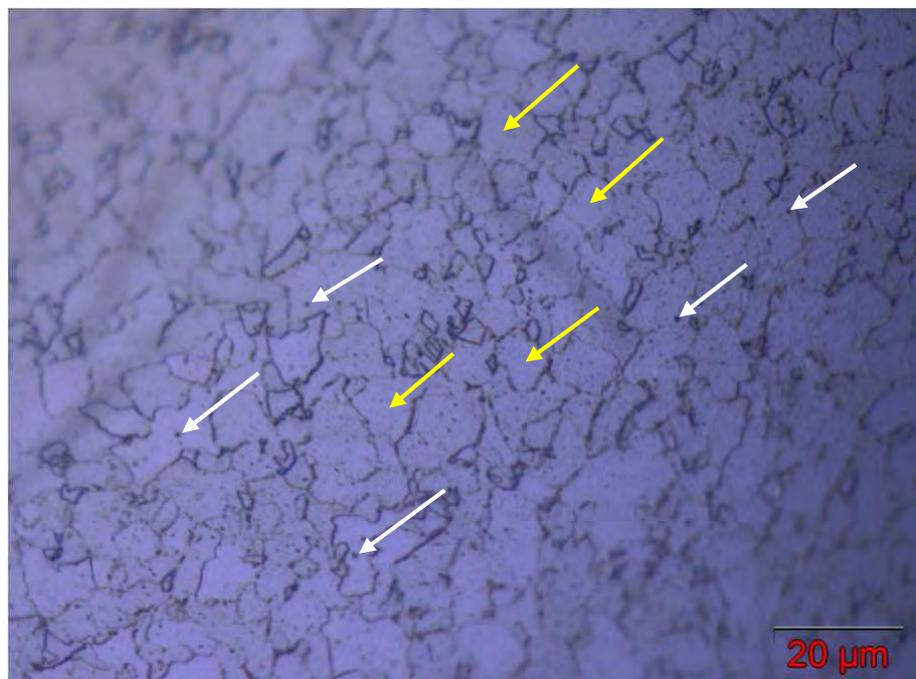
Figura 5.2 - Micrografia por MO produzida pela rota 2 (austenitização a 950°C + resfriamento em água à temperatura ambiente). 1000X.



Figura 5.3 - Micrografia por MO produzida pela rota 3 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + resfriamento em água à temperatura ambiente). 1000X.



**Figura 5.4 - Micrografia por MO produzida pela rota 4 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + banho de chumbo a 450°C + resfriamento em água à temperatura ambiente). 1000X.**



**Figura 5.5 - Micrografia por MO produzida pela rota 5 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + banho de chumbo a 550°C + resfriamento em água à temperatura ambiente). 1000X.**

### 5.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

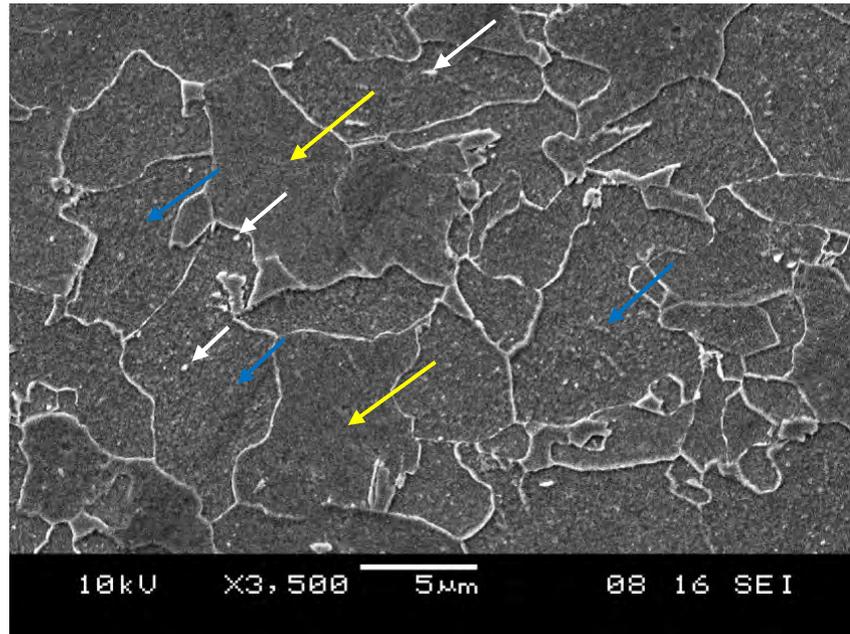
As microestruturas resultantes de todas as rotas termomecânicas, observadas por microscopia eletrônica de varredura, são mostradas nas figuras 5.6 a 5.11, onde foram utilizados aumentos de 3500 e 10000 vezes, o que permitiu caracterizar as fases constituintes.

Neste trabalho será utilizada a classificação do ISIJ para microestruturas de aços ARBL conforme a tabela 3.4. As setas em branco indicarão o constituinte M/A, em azul a ferrita granular, em verde a austenita retida, em vermelho a ferrita acicular e em amarelo a ferrita poligonal.

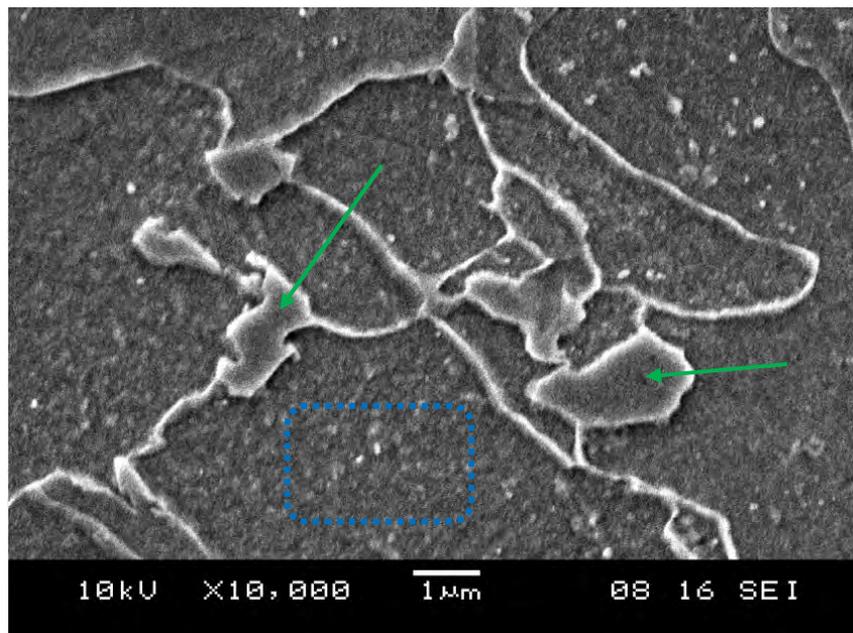
A microestrutura resultante da rota 1 revelou a presença de ferrita poligonal (setas em amarelo) e grânulos muito finos de ferrita granular (em azul) que, comparado com as microestruturas produzidas pelas rotas 2, 3 e 4, sugerem ser núcleos deste constituinte ainda em formação. Ainda são observados alguns possíveis pontos de constituinte M/A (setas em branco) e algumas pequenas regiões de austenita retida (setas em verde).

Com relação ao constituinte M/A, indicados neste trabalho por setas brancas, para confirmação de sua formação nas microestruturas produzidas pelas rotas termomecânicas, são necessárias técnicas mais avançadas de caracterização microestrutural como a Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). Entretanto, há indícios através de alguns estudos, Krauss e Thompson (1995) e Mazanková e Mazanec (1997), que as morfologias granulares e aciculares estão sempre associadas à formação do constituinte M/A e principalmente quando o resfriamento é contínuo, o que levaria a hipótese que nas amostras submetidas às rotas 1, 2 e 3 houve a formação deste constituinte. Outro indicativo da sua formação é que o constituinte M/A afeta diretamente as propriedades mecânicas. Esses indícios serão mais bem evidenciados quando os resultados de tração e impacto Charpy forem discutidos.

De acordo Hwang *et al.* (2010), o constituinte M/A é formado por um processo controlado pela difusão de carbono quando parte da austenita enriquecida de carbono se transforma em martensita sendo o tamanho e a quantidade dependente de vários parâmetros, como exemplo, composição química, taxa de resfriamento, temperatura final de resfriamento e etc.



a)

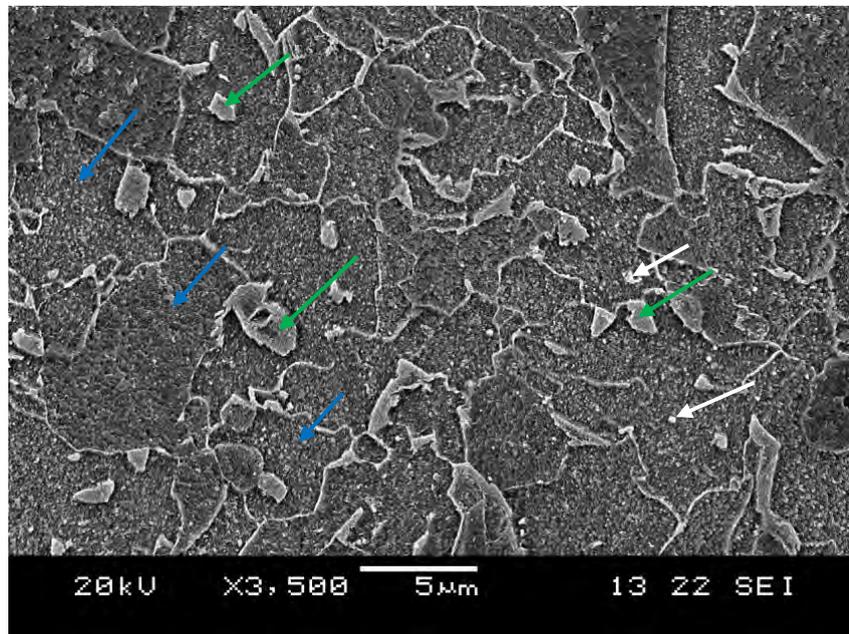


b)

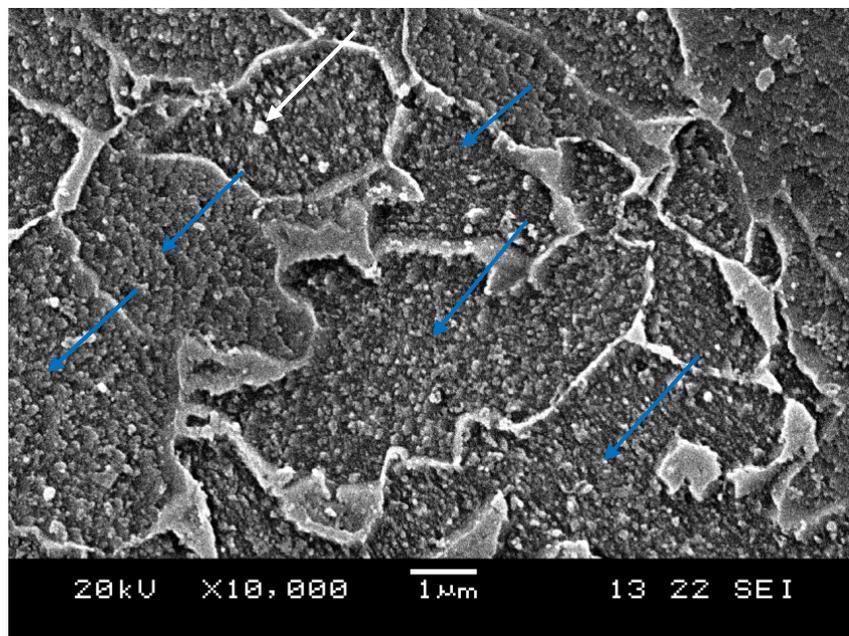
**Figura 5.6 - Micrografias por MEV produzidas pela rota 1 (austenitização a 950°C + resfriamento em substrato metálico à temperatura ambiente). (a) 3500X e (b) 10000X.**

Na microestrutura oriunda da rota 2 é evidente a formação da estrutura granular, sendo composta principalmente de finos grânulos de ferrita granular (setas em azul), alguns possíveis pontos de constituinte M/A (setas em branco) e ilhas de austenita retida (setas em verde). Nesta microestrutura não foi formado a ferrita acicular, entretanto, de acordo com A. Ghosh *et al.* (2003), Xiao *et al.* (2006) e Kim *et al.* (2008), era também de se esperar a

formação deste constituinte em conjunto com a ferrita granular, devido ao fato de que nesta rota, os corpos de prova foram submetidos a uma alta taxa de resfriamento (têmpera em água) a partir do domínio austenítico (950°C).



a)



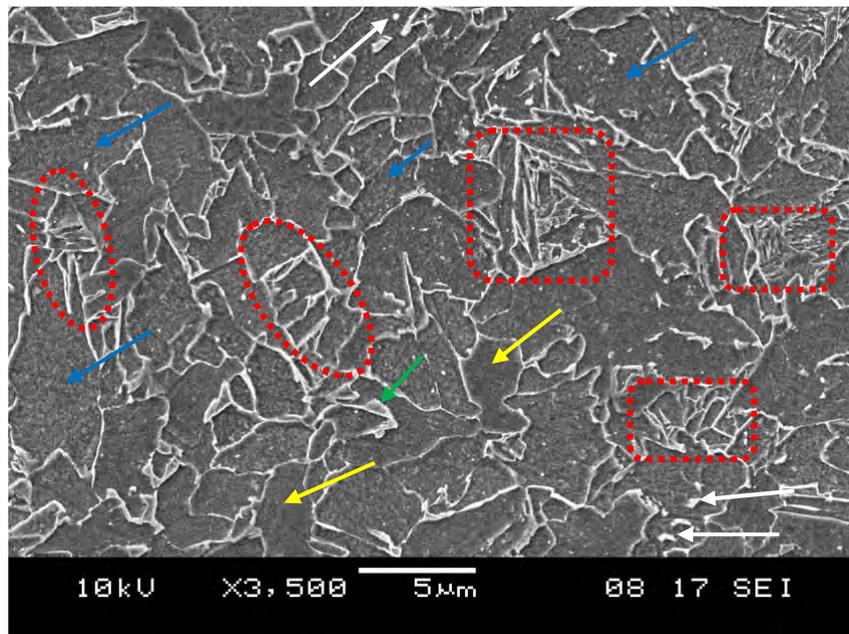
b)

**Figura 5.7 - Micrografias por MEV produzidas pela rota 2 (austenitização a 950°C + resfriamento em água à temperatura ambiente). a) 3500X e b) 10000X.**

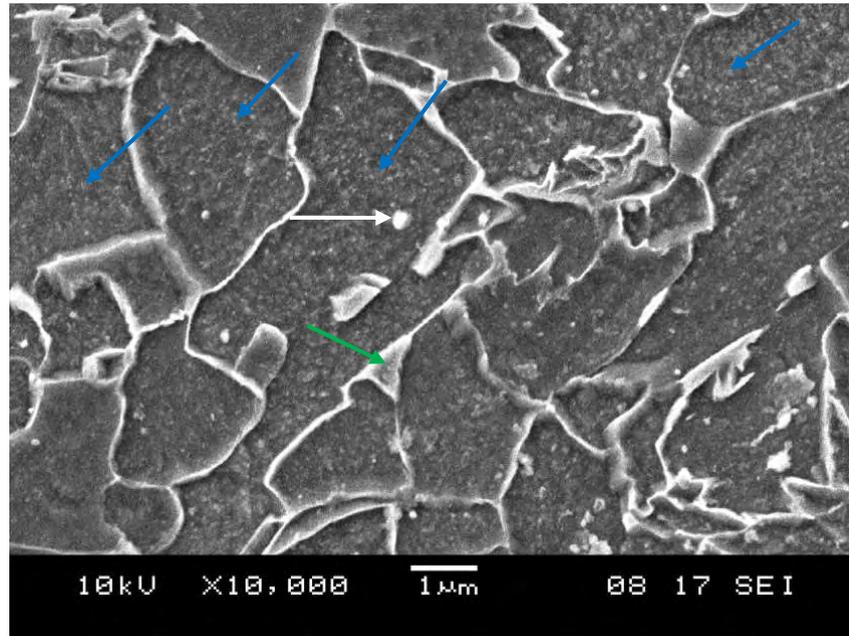
Comparando as microestruturas produzidas pelas rotas 1 e 2, nas quais não contém deformação, é verificado que a rota 2 produziu uma microestrutura com tamanho de grão

menor, ou seja, mais refinada, que a da rota 1. Além disso, os grânulos de ferrita granular produzidos pela rota 2 estão mais desenvolvidos, sendo por isso mais perceptíveis que aqueles produzidos pela rota 1, que também mostrou uma quantidade de austenita retida maior. Diferentemente da microestrutura produzida pela rota 1, na produzida pela rota 2, em todos os grãos ferríticos houve a formação do constituinte granular e que não foi possível ser visualizado por microscopia óptica (figura 5.2).

De acordo com a figura 5.8, a microestrutura resultante da rota 3 é composta principalmente de ferrita acicular (em vermelho) e ferrita granular (setas em azul). Uma pequena quantidade de austenita retida (setas em verde), alguns possíveis pontos de constituinte M/A (setas em branco) e alguns grãos de ferrita poligonal (setas em amarelo) também compõem a microestrutura.



a)



b)

**Figura 5.8 - Micrografias por MEV produzidas pela rota 3 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + resfriamento em água à temperatura ambiente). a) 3500X e b) 10000X.**

Diferentemente das outras rotas termomecânicas utilizadas neste trabalho, a rota 3 produziu uma grande quantidade de ferrita acicular. A ferrita acicular tem sido conhecida como a microestrutura ótima com uma excelente combinação de alta resistência e boa tenacidade a baixa temperatura em soldas de aço. A melhoria na tenacidade das soldas é devido, principalmente, a densidade relativamente alta de discordâncias e a natureza refinada da estrutura ferrita acicular (Kim *et al.*, 2008). Longe de ser organizada, esta microestrutura é melhor descrita como caótica. As placas de ferrita acicular nucleiam heterogeneamente sobre pequenas inclusões não-metálicas e radiam em muitas diferentes direções destes sítios de nucleação dentro dos grãos austeníticos (nucleação intragranular). Desta forma, a maioria dos trabalhos sobre ferrita acicular têm sido realizados em soldas, nas quais, a alta densidade de inclusões presentes assegura a alta densidade de sítios de nucleação, resultando na formação de ferrita acicular (Bhadeshia, 2001; Kim *et al.*, 2008).

Segundo Xiao *et al.* (2006), se a microestrutura ferrita acicular puder ser alcançada em aços para dutos, ela proporcionará melhores propriedades, tais como alta resistência a tração, boa tenacidade e superior soldabilidade que uma estrutura ferrítica ultrafina. Esta combinação de propriedades tem levado a aplicação destes aços na manufatura de dutos de grandes dimensões para transporte de petróleo e gás em regiões de baixa temperatura.

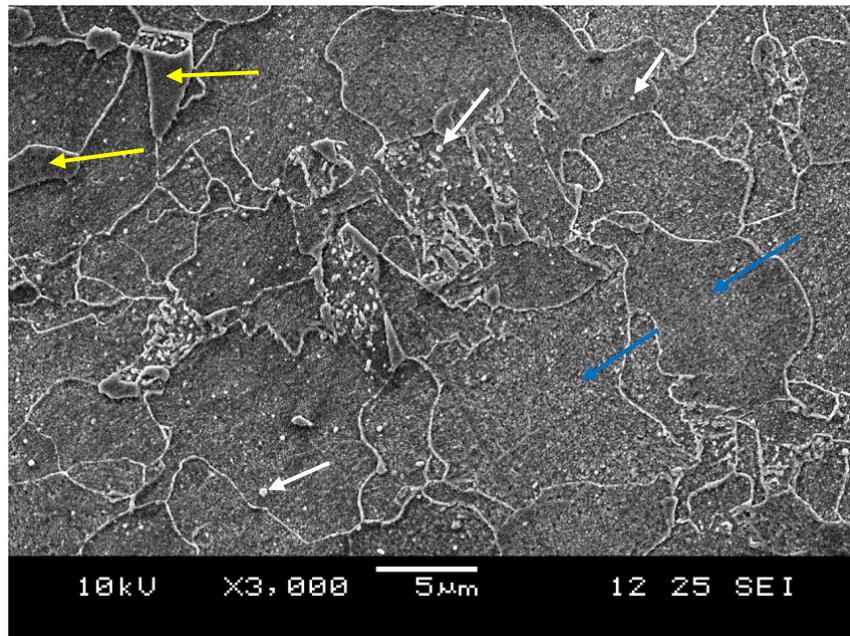
De acordo com Fuentes *et al.* (2003), em aços de médio e baixo carbono, a formação de ferrita acicular é geralmente associada com uma boa combinação de resistência e tenacidade. A boa tenacidade da microestrutura ferrita acicular está relacionada com a alta densidade de contornos de grão de alto ângulo que esta microestrutura geralmente apresenta. Estes tipos de contornos atuam como obstáculos para a propagação de trincas. Contornos de baixo ângulo não são obstáculos efetivos e, conseqüentemente, não tem nenhuma influência sobre a tenacidade de aços. Entretanto, segundo Kim *et al.* (2008), esta característica da ferrita acicular é aplicável somente a aços com abundante inclusões não-metálicas. No caso dos aços para dutos, um grão de ferrita acicular consiste de muitas sub-unidades nas quais possuem uma pequena densidade de discordâncias e ângulos de mesorientação de 1 a 2°. O conjunto de grãos ferrita acicular adjacentes com ângulo de mesorientação abaixo de 15° compõe o então chamado *pacote cristalográfico*. Do ponto de vista do comportamento da fratura, estes pacotes cristalográficos de ferrita acicular podem também serem denominados de grãos efetivos, nos quais agem como obstáculos a propagação de trincas, resultando numa boa tenacidade, especialmente em termos da temperatura de transição dúctil-frágil.

Segundo Zhao *et al.* (2002), as características microestruturais da ferrita acicular são obviamente diferentes daquelas das outras microestruturas convencionais tais como perlita, ferrita poligonal e bainita superior e inferior. Em comparação com estas microestruturas, ferrita acicular formada durante um processamento termomecânico é mais complexa. A morfologia da ferrita acicular é composta de um conjunto de entrelaçadas ripas de ferrita não-paralelas com uma elevada densidade de discordância e precipitados de carbonitreto dispersos. Além disso, existem ilhas M/A (martensita e austenita) enriquecidas de carbono dentro ou entre as ripas. As boas propriedades associadas à ferrita acicular são atribuídas à sua refinada microestrutura, dificultando a propagação de trincas devido à presença de um grande número de contornos de grão ferríticos por unidade de comprimento. Ao mesmo tempo, ambos os carbonitretos precipitados e as ilhas M/A dentro da ferrita acicular também possuem papel importante na melhoria da resistência a tração e tenacidade.

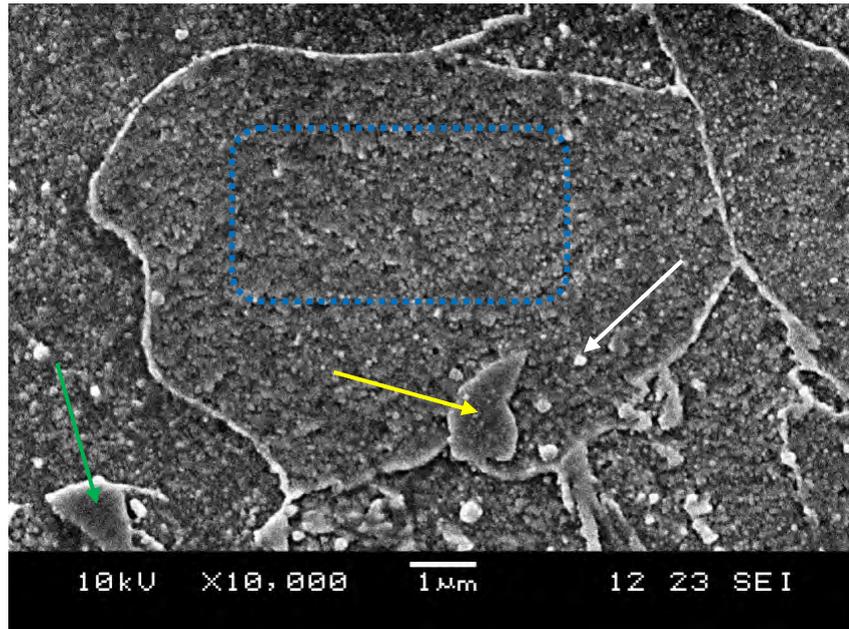
Comparando as microestruturas produzidas pelas rotas 2 e 3, onde a única diferença entre as rotas é que a rota 3 possui uma etapa de deformação antes do resfriamento em água, é verificado que a microestrutura produzida pela rota 3 é mais refinada que a produzida pela rota 2 e, além disso, com a rota 3 houve a formação de ferrita acicular, o que era de se esperar, uma vez que a deformação, além produzir grãos austeníticos mais refinados, o que é favorável à produção de microestruturas ferríticas também mais refinadas, gera sítios propícios a

nucleação de fases aciculares. A quantidade de austenita retida presente na microestrutura da rota 3 é menor que na da rota 2, onde também é verificado dois grãos de ferrita poligonal.

A microestrutura resultante da rota 4 é composta principalmente de finos grânulos de ferrita granular (setas em azul), alguns grãos de ferrita poligonal (setas em amarelo), possíveis pontos de constituinte M/A (setas em branco) e uma pequena quantidade de austenita retida (seta em verde).



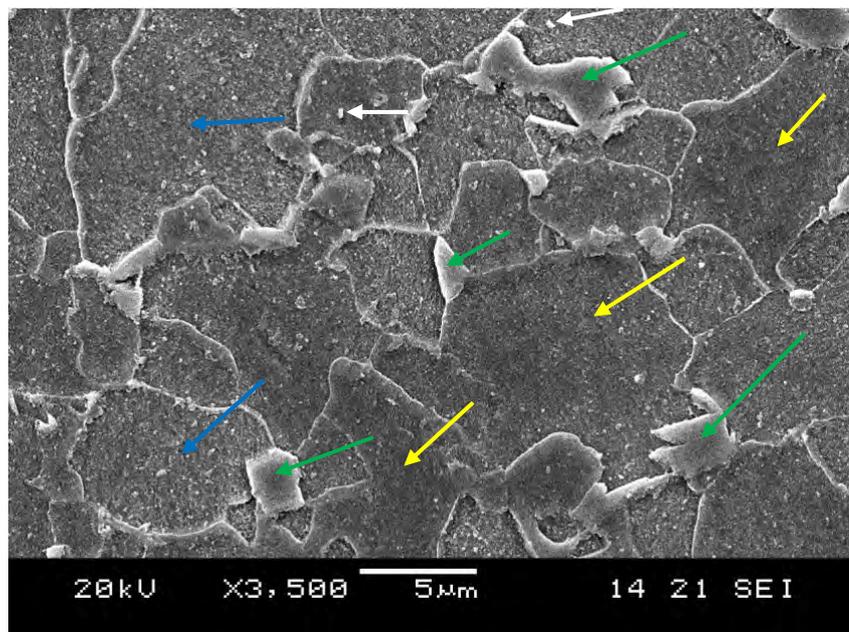
a)



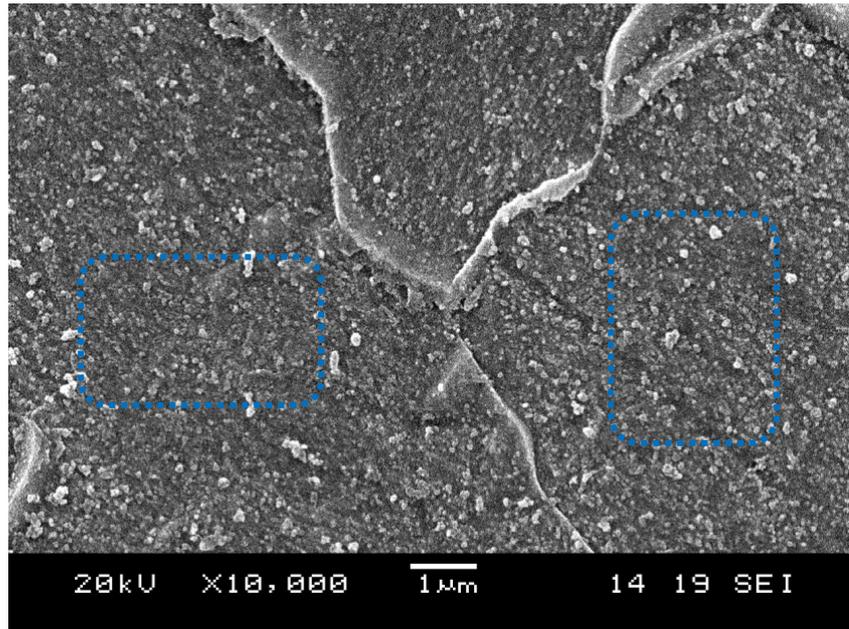
b)

**Figura 5.9 - Micrografias por MEV produzidas pela rota 4 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + banho de chumbo a 450°C + resfriamento em água à temperatura ambiente). a) 3500X e b) 10000X.**

A microestrutura resultante da rota 5 é composta de uma quantidade apreciável de austenita retida (setas em verde), grânulos muito finos de ferrita granular (setas em azul) que, assim como na microestrutura produzida pela rota 1, sugerem ser núcleos em formação. Ainda são observados grãos de ferrita poligonal (setas em amarelo) e alguns possíveis pontos de constituinte M/A (setas em branco).



a)



b)

**Figura 5.10 - Micrografias por MEV produzidas pela rota 5 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + banho de chumbo a 550°C + resfriamento em água à temperatura ambiente). a) 3500X e b) 10000X.**

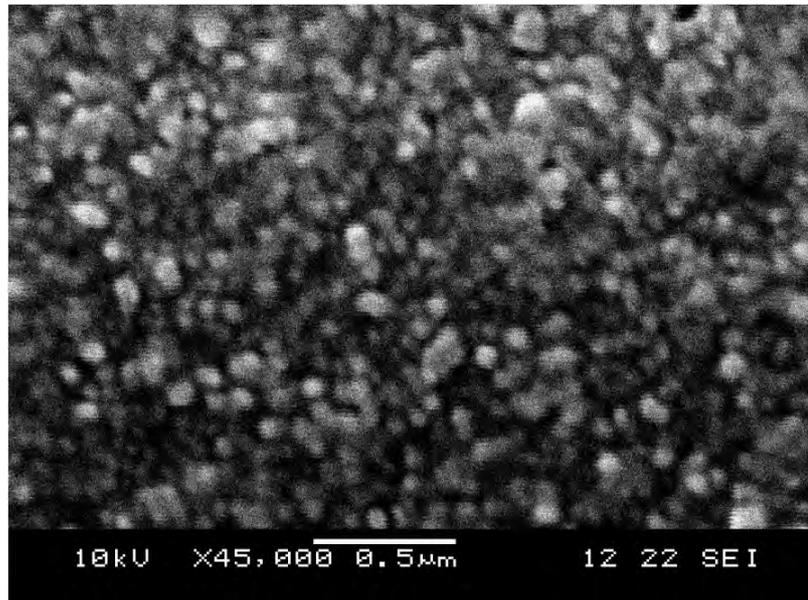
A partir dos resultados de Fuentes *et al.* (2003) e Kim *et al.* (2008), semelhantemente a microestrutura da rota 2, era de se esperar a presença de ferrita acicular nas microestruturas das rotas 4 e 5, em virtude da combinação de deformação seguida de tratamentos isotérmico em temperaturas de 400 a 600°C.

Comparando as microestruturas das rotas 4 e 5, os grânulos de ferrita granular da rota 4 estão mais desenvolvidos que aqueles da rota 5. Entretanto, na microestrutura da rota 5 é verificado uma maior quantidade de ferrita poligonal e austenita retida.

Uma questão ainda não comentada é com relação à formação de precipitados. Elementos como nióbio, vanádio e titânio têm uma forte afinidade por carbono e nitrogênio formando finos precipitados de nitreto, carbeto e carbonitreto que podem ser vistos apenas por microscopia eletrônica de transmissão. Estes precipitados impedem o movimento das discordâncias promovendo o aumento de resistência mecânica. Este efeito endurecedor é dependente da fração volumétrica e tamanho da partícula de precipitado. Somado a isto, no trabalho de A. Ghosh *et al.* (2003) foi verificado que além dos precipitados de nióbio, vanádio e titânio, uma outra alternativa para aumento de resistência mecânica dos aços ARBL é por meio da precipitação de cobre (Cu-ε), todavia principalmente em aços cujo teor deste elemento é superior a 2%. Desta forma, pode ter ocorrido a formação destes precipitados nas

microestruturas produzidas pelas rotas termomecânicas, uma vez que o aço utilizado neste trabalho possui estes elementos em sua composição (tabela 4.1).

Em todas as microestruturas mostradas acima houve a formação de grãos ferríticos contendo grânulos nanométricos da fase ferrita granular, ver figura 5.11.



**Figura 5.11 - Microestrutura produzida pela rota 4 mostrando o tamanho nanométrico da fase ferrita granular.**

De acordo com Krauss e Thompson (1995), a ferrita granular, ou ferrita bainítica granular, possui muitas similaridades com a ferrita acicular, entretanto são morfologicamente diferentes. Esta microestrutura se forma no mesmo intervalo de temperatura de transformação da ferrita acicular, mas com uma velocidade de resfriamento um pouco menor e consiste de finos cristais de ferrita com a forma granular contendo uma alta densidade de discordâncias. Similarmente à ferrita acicular, é comum nesta microestrutura a presença de austenita retida e/ou constituinte M/A.

Em dois dos poucos trabalhos acerca desta microestrutura, Kremnev *et al.* (1997 e 1998) estudando um aço de composição química 0,21% C, 0,32% Mn, 0,15% Si, 1,64% Cr, 1,08% Ni, 0,02% S e 0,02% P, verificou que a ferrita granular se formou em taxas de resfriamento de 0,73 a 4,9 K/s. Nestes trabalhos também foi verificado que o aumento na temperatura de austenitização ocasiona a diminuição das taxas de resfriamento para formação da ferrita granular e que a deformação plástica amplia consideravelmente o intervalo de taxas de resfriamento para formação desta microestrutura.

De acordo com Qiao *et al.* (2009), utilizando um aço de composição química 0,3%C, 0,26%Si, 0,45%Mn, 3,1%Ni, 0,47%Mo, 0,94%Cr, 0,1%V, 0,003%S e 0,009%P sob resfriamento contínuo, a ferrita granular resulta da formação de regiões na austenita ricas e pobres em carbono antes da transformação bainítica. A ferrita nucleia nas regiões pobres em carbono e crescem separadamente de tal maneira a se unirem formando a fase matriz e fazendo com que as regiões ricas em carbono reduzam gradativamente. Com a continuação do resfriamento, as regiões ricas em carbono se decompõem em ferrita e cementita, com uma quantidade de austenita retida residual. Também foi verificada a presença de uma grande quantidade de discordâncias nesta microestrutura semelhante à ferrita acicular.

A tabela 5.1 mostra um resumo das observações microestruturais descritas acima.

**Tabela 5.1 - Resumo das microestruturas produzidas pelas rotas termomecânicas.**

<b>Rota Termomecânica</b>	<b>Microestrutura obtida</b>
<b>1</b>	Ferrita poligonal, grânulos muito finos de ferrita granular, alguns possíveis pontos de constituinte M/A e pequenas regiões de austenita retida.
<b>2</b>	Ferrita granular (maior quantidade), alguns possíveis pontos de constituinte M/A e ilhas de austenita retida.
<b>3</b>	Ferrita acicular e granular (maior quantidade), pequena quantidade de austenita retida, alguns possíveis pontos de constituinte M/A e alguns grãos de ferrita poligonal.
<b>4</b>	Ferrita granular (maior quantidade), alguns grãos de ferrita poligonal, possíveis pontos de constituinte M/A e pequena quantidade de austenita retida.
<b>5</b>	Grânulos muito finos de ferrita granular, quantidade apreciável de austenita retida, grãos de ferrita poligonal e alguns possíveis pontos de constituinte M/A.

## 5.2 Ensaio Mecânicos

### 5.2.1 Ensaio de Tração

Ensaio de tração foram realizados em corpos de prova oriundos de cada rota termomecânica com o objetivo de verificar o efeito destes tratamentos na resistência mecânica e ductilidade do aço utilizado neste estudo. Foram determinados o limite de escoamento ( $\sigma_e$ ), limite de resistência ( $\sigma_R$ ) e a deformação total ( $\epsilon_t$ ), a partir da média aritmética dos valores individuais destas propriedades nos corpos de prova de cada uma das rotas, onde também foram calculados os respectivos desvios padrão ( $\Delta\sigma_e$ ,  $\Delta\sigma_R$  e  $\Delta\epsilon_t$ ). Estes resultados são mostrados na tabela 5.2.

**Tabela 5.2 - Resultados das propriedades mecânicas obtidas a partir dos ensaios de tração. C. R. = Material Como Recebido.**

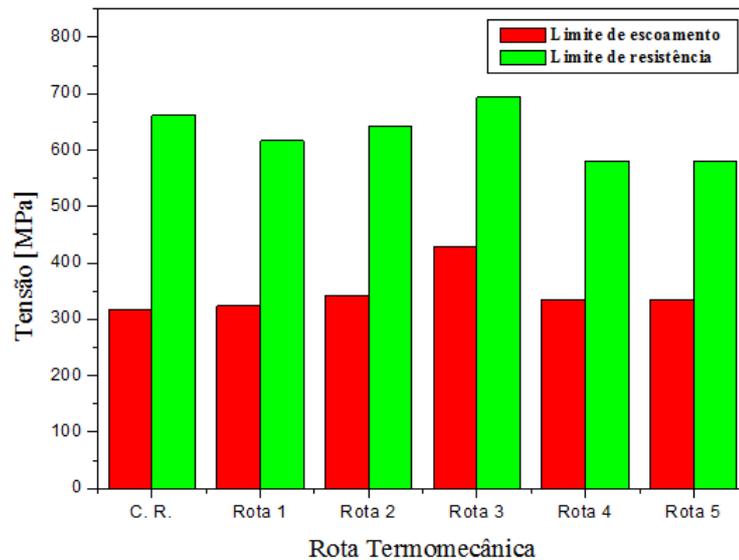
	$\sigma_e$ [MPa]	$\Delta\sigma_e$ [MPa]	$\sigma_R$ [MPa]	$\Delta\sigma_R$ [MPa]	$\epsilon_t$ [%]	$\Delta\epsilon_t$ [%]
<b>C. R.</b>	315,83	28,40	661,68	30,24	26,90	2,60
<b>Rota 1</b>	323,94	0,73	616,24	12,37	35,42	2,83
<b>Rota 2</b>	341,35	45,48	642,69	27,02	31,12	6,25
<b>Rota 3</b>	429,70	29,86	693,78	9,20	26,59	1,61
<b>Rota 4</b>	335,66	0,69	580,46	1,50	28,93	1,65
<b>Rota 5</b>	333,83	10,23	579,47	23,69	28,12	4,06

De acordo com a tabela 5.2, é observado que o valor do limite de escoamento do material como recebido não atende ao valor mínimo da norma API 5L (2007) como sendo de 485MPa, entretanto, neste trabalho, se está preocupado com o comportamento mecânico proporcionado pelas rotas termomecânicas. Uma vez que todos os corpos de prova foram fabricados nas mesmas condições, é correto fazer comparações entre os valores das propriedades mecânicas obtidas.

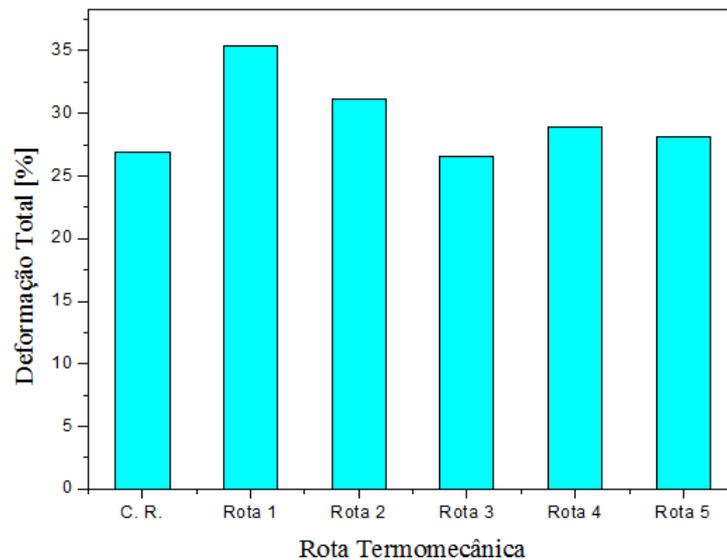
Todas as rotas proporcionaram um limite de escoamento maior em relação ao material como recebido. O mesmo comportamento acontece com a deformação total, com exceção da rota 3 que produziu uma deformação total média ligeiramente menor. Todos os valores de limite de resistência foram abaixo do material como recebido, exceto a rota 3.

Convém destacar que os valores de limite de resistência, tanto do material como recebido quanto aqueles produzidos pelas rotas termomecânicas, estão todos acima do valor mínimo exigido ao aço API 5L X70 que é de 570MPa. Além disso, os valores de limite de resistência do material como recebido e da rota 2 estão acima do valor mínimo exigido ao aço API 5L X80 que é de 625MPa, e o produzido pela rota 3 é próximo àquele exigido ao aço API 5L X90 que é de 695MPa.

O gráfico representado na figura 5.12 ilustra os limites de escoamento e limites de resistência médios oriundos de todas as rotas e do material como recebido. Já o gráfico da figura 5.13 ilustra a deformação total média.



**Figura 5.12 - Limite de escoamento e limite de resistência oriundos das rotas termomecânicas e do material como recebido.**



**Figura 5.13 - Deformação total obtida a partir do ensaio de tração, oriunda das rotas termomecânicas e do material como recebido.**

A rota 1 proporcionou um limite de escoamento maior que o do material como recebido, entretanto, é o menor dentre as rotas termomecânicas utilizadas. Já a deformação proporcionada por esta rota é a maior dentre todas as rotas e o material como recebido, onde foi verificado um aumento de 31,67% com relação a este último, caracterizando a maior ductilidade. A microestrutura produzida por esta rota é formada principalmente por ferrita poligonal e grãos ferríticos contendo pequenos núcleos da fase ferrita granular em formação. Estes núcleos não exercem influência nas propriedades mecânicas.

Diferentemente de microestruturas que propiciam aumento na resistência mecânica dos aços ARBL, tais como a ferrita acicular e ferrita granular, a ferrita poligonal é caracterizada por apresentar uma baixa densidade de discordâncias e ausência de subestruturas (Krauss e Thompson, 1995). Somado com a formação de poucos pontos de possíveis constituintes M/A e apresentar regiões de austenita retida, estas evidências microestruturais podem justificar a maior ductilidade proporcionada por esta rota termomecânica.

Se tratando de resistência mecânica, a rota 3 proporcionou os maiores valores de limite de escoamento e limite de resistência, onde foram verificados aumentos de 36,05 e 4,85% respectivamente em relação ao material como recebido e, conforme já descrito, produziu um valor de limite de resistência próximo àquele exigido ao aço API 5L X90. Este comportamento é justificado pela microestrutura mais refinada produzida por esta rota, sendo formada principalmente por ferrita acicular e ferrita granular. Com relação aos materiais metálicos, o tamanho de grão está diretamente relacionado com o limite de escoamento, de acordo com a lei de Hall-Petch, de maneira que quanto menor o tamanho de grão de uma microestrutura maior o limite de escoamento alcançado pelo material. De acordo com Dieter (1981), o aumento da resistência à deformação plástica pelo refino de grão pode ser explicado pelo conceito de que o contorno de grão atua como uma barreira ao movimento das discordâncias, de forma que materiais com tamanho de grão pequeno possuem maior quantidade de contornos que funcionam como mais barreiras ao movimento das discordâncias, ou de que o tamanho de grão influencia a densidade de discordâncias do material, que por sua vez altera a resistência mecânica. Como o tamanho de grão pode ser considerado uma função inversa da densidade de discordâncias e a densidade de discordâncias uma função direta da resistência mecânica, menores tamanhos de grão resultam em uma maior densidade de discordâncias que por sua vez resulta em maior resistência mecânica (limite de escoamento e de resistência).

Segundo Krauss e Thompson (1995), as microestruturas ferrita acicular e ferrita granular além de apresentar uma natureza refinada são compostas por uma alta densidade de discordâncias, contribuindo para aumento de resistência mecânica do material.

Convém ainda mencionar a influência da possível formação de precipitados de nióbio, vanádio e titânio na contribuição do aumento da resistência mecânica no aço submetido a rota 3. Estes elementos formam finos precipitados de carbeto que atuam como ancoradores de discordâncias. Assim como o nióbio, vanádio e titânio, o elemento cobre também exerce

influência no limite de escoamento e limite de resistência, segundo A. Ghosh *et al.* (2003). O aço utilizado no presente trabalho contém 0,23% em massa de cobre (tabela 4.1), podendo ter formado finos precipitados Cu- $\epsilon$  que também funcionam como ancoradores do movimento de discordâncias. Todavia, para comprovação da formação destes precipitados é necessário, conforme já descrito, a utilização da microscopia eletrônica de transmissão. Devido à ausência de nitrogênio na composição química do aço utilizado neste trabalho, não pode ser mencionada a formação de precipitados de nitreto e carbonitreto destes elementos nas microestruturas produzidas pelas rotas termomecânicas, uma vez que também atuariam neste mecanismo de endurecimento.

Kneissl e Baldinger (1993) compararam as propriedades mecânicas de aços ARBL com composição química semelhantes, mas apresentando percentuais diferentes dos elementos microligantes nióbio, vanádio e titânio, submetidos a tratamentos termomecânicos. Neste trabalho foi verificado que as melhores propriedades de resistência a tração e tenacidade a fratura em baixas temperaturas foram alcançadas com os aços microligados com vanádio e nióbio, em função do menor tamanho de grão produzido e formação dos finos precipitados de nitreto e carbonitreto destes elementos.

A rota 2 produziu um limite de escoamento e deformação total superior àqueles do material como recebido, entretanto um limite de resistência menor. Os resultados de tração oriundos das rotas 4 e 5 são bastante similares, produzindo ambas limites de escoamento maiores que o do material como recebido e próximos entre si. O mesmo comportamento é verificado com a deformação total. Já com relação ao limite de resistência, estas duas rotas produziram valores próximos entre si, entretanto, ambos menores que o do material como recebido. Comparando-se as propriedades de tração proporcionadas pelas rotas 2 e 4, onde ambas produziram microestruturas formadas principalmente de ferrita granular, os maiores valores de limite de escoamento e limite de resistência proporcionados pela rota 2 sugerem uma maior quantidade de constituinte M/A presente na microestrutura desta em relação a da rota 4.

Em todas as microestruturas houve a formação do constituinte M/A. De acordo com Krauss e Thompson (1995), em microestruturas formadas por ferrita acicular e/ou ferrita granular é comum a presença deste constituinte. Segundo Shin *et al.* (2006 e 2007), o constituinte M/A trata-se de uma fase dura, em virtude de ser composta por martensita, conferindo maior resistência a matriz ferrítica. Entretanto a maior fração volumétrica deste

constituente prejudica a tenacidade em baixas temperaturas, uma vez que funcionam como sítios para nucleação de trincas de clivagem.

### 5.2.2 Ensaio de Impacto Charpy

Os corpos de prova do ensaio Charpy-V de cada rota termomecânica e do material como recebido foram ensaiados na temperatura de 20°C (temperatura ambiente) e 0°C utilizando um pêndulo de impacto de 300J. Os valores da energia absorvida no impacto com os respectivos desvios padrão são mostrados na tabela 5.3.

**Tabela 5.3 - Resultados da energia absorvida obtidas a partir do ensaio de impacto Charpy.**

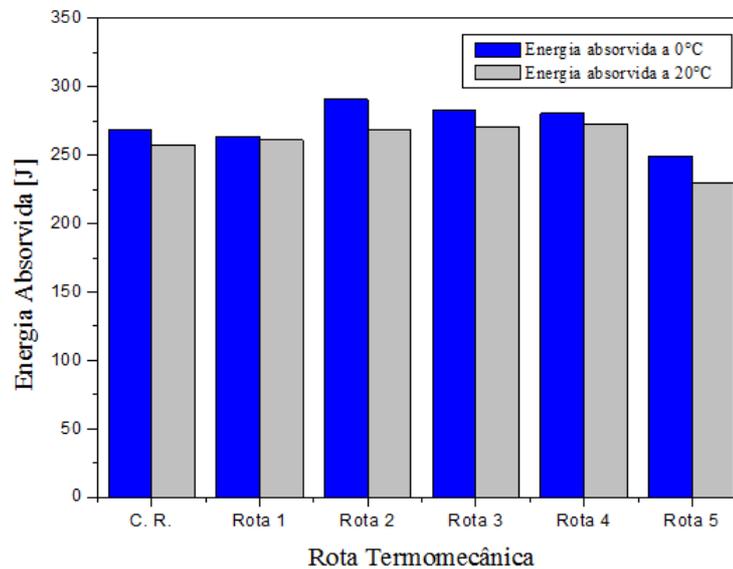
	Temperatura do Corpo de Prova			
	0°C		20°C	
	$E_{abs}$ [J]	$\Delta E_{abs}$ [J]	$E_{abs}$ [J]	$\Delta E_{abs}$ [J]
<b>C. R.</b>	268,01	3,68	256,76	10,25
<b>Rota 1</b>	263,34	38,70	261,07	6,01
<b>Rota 2</b>	290,64	11,72	268,76	14,57
<b>Rota 3</b>	282,67	18,48	270,56	8,16
<b>Rota 4</b>	280,35	27,37	273,04	2,96
<b>Rota 5</b>	249,30	-	229,39	-

De acordo com a tabela 5.3, com exceção da rota 5, todas as rotas termomecânicas proporcionaram melhorias na tenacidade a fratura a 20°C, em relação ao material como recebido. Nesta temperatura, o maior valor de energia absorvida foi proporcionado pela rota 4, contudo, valores próximos deste foram obtidos com as rotas 2 e 3.

Com relação a temperatura de 0°C, as rotas 2, 3 e 4 produziram melhorias na tenacidade a fratura em relação ao material como recebido, onde o maior valor de energia absorvida foi obtido a partir da rota 2, assim como as rotas 3 e 4 produziram valores próximos entre si. A rota 1 proporcionou um valor de energia absorvida próximo a do material como recebido, o que não foi verificado com a rota 5.

A rota 5 proporcionou a mais baixa energia absorvida, nas duas temperaturas utilizadas, entre todas as rotas termomecânicas e material como recebido, apesar da maior quantidade de austenita retida presente na microestrutura, uma vez que a ductilidade é aumentada pela sua presença.

A figura 5.14 mostra a representação gráfica das energias absorvidas nas duas temperaturas de ensaio.



**Figura 5.14 - Variação da energia absorvida em função das temperaturas do ensaio Charpy-V para todas as rotas termomecânicas e o material como recebido.**

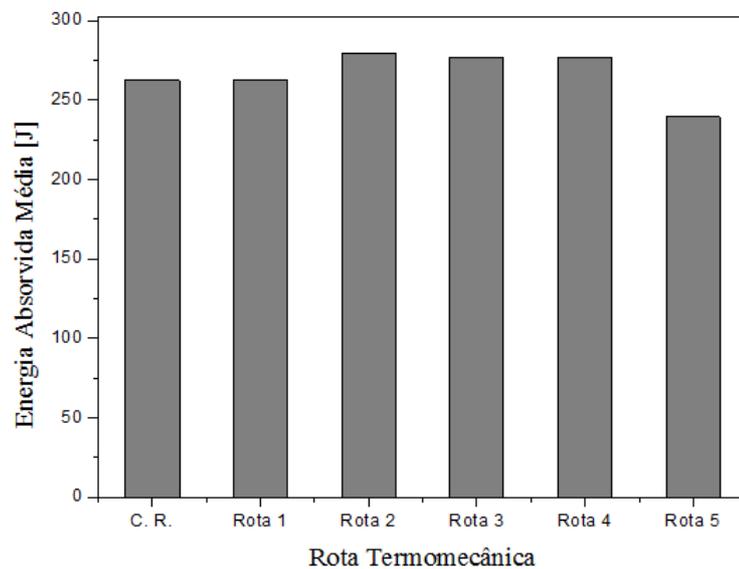
A norma API 5L (2007) estabelece que para o nível PSL2, todos os graus de aços devem ser submetidos a ensaios de impacto Charpy a 0°C. No caso do aço API 5L X70, quando utilizado na fabricação de dutos com diâmetro externo menor ou igual a 20" (duto utilizado neste trabalho), este deve apresentar energia absorvida mínima de 27J. Desta forma, os resultados de energia absorvida a 0°C no ensaio Charpy produzidos pelas rotas termomecânicas e do material como recebido estão acima do valor mínimo exigido pela norma.

Entretanto, é interessante observar da tabela 5.3 e figura 5.14 que a energia absorvida do material como recebido e àquelas produzidas pelas rotas termomecânicas, a 0°C, são maiores que a 20°C. Todavia, resultados semelhantes foram obtidos por Hwang *et al.* (2005), Shin *et al.* (2006 e 2007) e Wang *et al.* (2009), trabalhando com aços API X70 submetidos a diferentes tratamentos termomecânicos. Além disso, nestes trabalhos foi verificado que as curvas de transição dúctil-frágil tinham patamar superior de energia estendendo-se em temperaturas abaixo de -25°C. Desta forma, pode-se concluir que as duas temperaturas de ensaio utilizadas no presente trabalho (0 e 20°C) pertencem ao patamar superior de energia do aço oriundo de cada rota termomecânica e do material como recebido e que, apesar da diferença entre as energias absorvidas nestas duas temperaturas, conforme a tabela 5.3 e

figura 5.14, pode-se considerar uma energia absorvida constante como sendo igual a média aritmética das energias nas duas temperaturas de ensaio, ver tabela 5.4 e figura 5.15.

**Tabela 5.4 - Energia absorvida média oriunda das duas temperaturas utilizadas no ensaio Charpy.**

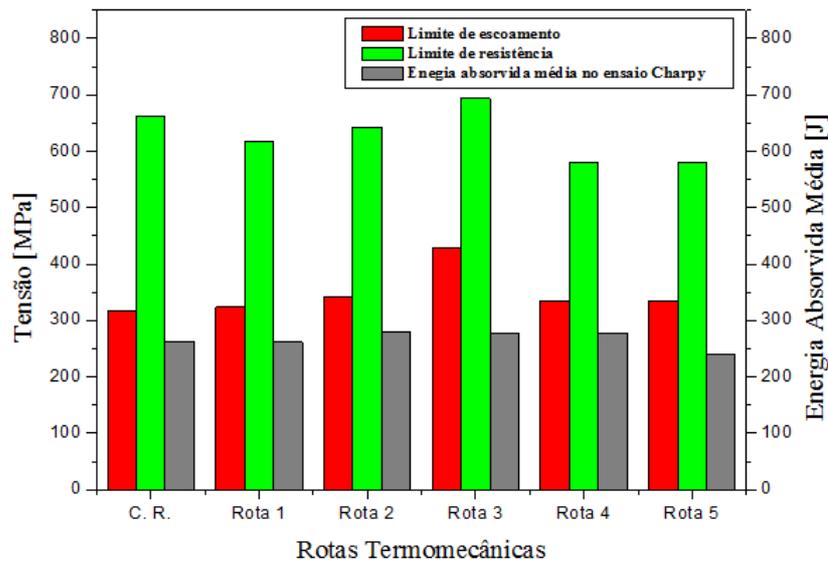
	<b>Temperatura do Corpo de Prova</b>					
	<b>0°C</b>		<b>20°C</b>		<b>Valor médio</b>	
	<b>E<sub>abs</sub> [J]</b>	<b>ΔE<sub>abs</sub> [J]</b>	<b>E<sub>abs</sub> [J]</b>	<b>ΔE<sub>abs</sub> [J]</b>	<b>E<sub>abs</sub> [J]</b>	<b>ΔE<sub>abs</sub> [J]</b>
<b>C. R.</b>	268,01	3,68	256,76	10,25	262,38	7,95
<b>Rota 1</b>	263,34	38,70	261,07	6,01	262,2	1,61
<b>Rota 2</b>	290,64	11,72	268,76	14,57	279,7	15,47
<b>Rota 3</b>	282,67	18,48	270,56	8,16	276,62	8,56
<b>Rota 4</b>	280,35	27,37	273,04	2,96	276,7	5,17
<b>Rota 5</b>	249,30	-	229,39	-	239,34	14,08



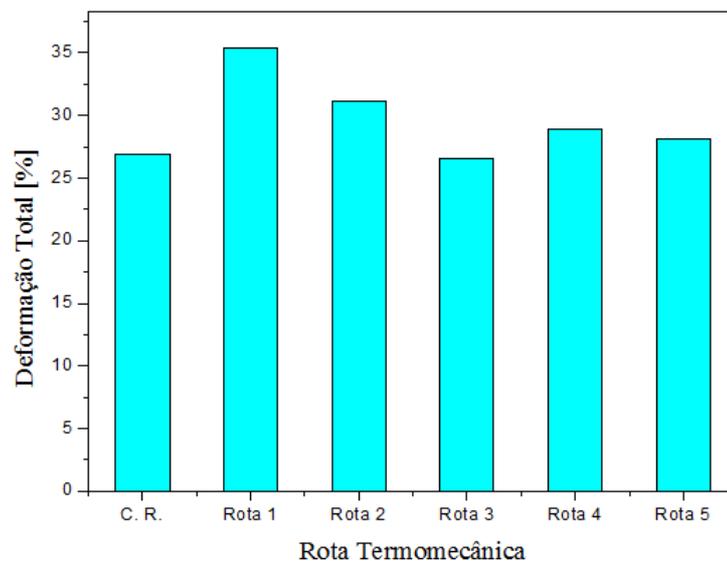
**Figura 5.15 - Representação gráfica da energia absorvida média oriunda das duas temperaturas utilizadas no ensaio Charpy proporcionada pelas rotas termomecânicas e material como recebido.**

### 5.2.3 Comparação entre as Propriedades Mecânicas Proporcionadas pelas Rotas Termomecânicas

O gráfico da figura 5.16 compara o limite de escoamento, limite de resistência, deformação total no ensaio de tração e a energia absorvida média no ensaio Charpy, proporcionados pelas rotas e material como recebido.



a)



b)

**Figura 5.16 - Comparação entre as propriedades mecânicas proporcionadas pelas rotas termomecânicas e material como recebido.**

Através da análise da figura 5.16, pode-se concluir que a rota 3 proporciona propriedades mecânicas otimizadas em relação ao material como recebido, propriedades estas de resistência mecânica (limite de escoamento e limite de resistência) e tenacidade a fratura (energia absorvida no ensaio Charpy). Além disso, a ductilidade, avaliada pela deformação total no ensaio de tração, é apenas 1,15% menor que a do material como recebido. Conforme já descrito, a microestrutura produzida por esta rota é formada principalmente de ferrita granular e ferrita acicular.

Resultados semelhantes foram obtidos por Shin et al. (2006) estudando a tenacidade à fratura e as propriedades de tração de um aço API X70 de composição química 0,075%C, 0,26%Si, 1,54%Mn, 0,16%Cu, 0,23%Ni, 0,24%Mo, 0,056%Nb, 0,03%V, 0,017%Ti, 0,0052%N, submetido a tratamentos termomecânicos, onde foi verificado que os melhores resultados de limite de escoamento, limite de resistência, razão de escoamento e tenacidade a fratura foram proporcionados por uma microestrutura composta principalmente de ferrita acicular junto com uma pequena quantidade de ferrita quase-poligonal, austenita retida e constituinte M/A, entretanto, a deformação total no ensaio de tração foi menor, quando comparado com as outras microestruturas compostas principalmente de ferrita poligonal.

Em outro trabalho, Shin *et al.* (2007) compara as propriedades mecânicas e microestruturas de dois aços API X70 (A e B) e um X80 (C) submetido à tratamentos termomecânicos. Com relação as propriedades de tração, os maiores resultados de limite de escoamento e de resistência foram apresentados pelo aço C (API X80) cuja microestrutura era composta de ferrita acicular e bainita superior, com uma pequena quantidade de constituinte M/A. A maior ductilidade (deformação total no ensaio de tração) foi apresentada pelo aço B (API X70) cuja microestrutura era composta principalmente de ferrita poligonal. O aço A (API X70) apresentou os melhores resultados de tenacidade a fratura e altos valores de limite de escoamento e limite de resistência. A análise microestrutural revelou que o aço A era constituído de ferrita acicular e ferrita granular, com a presença de uma pequena quantidade de constituinte M/A.

As rotas 2 e 4 proporcionaram propriedades mecânicas otimizadas de tenacidade a fratura, ductilidade e resistência mecânica, quando esta é avaliada apenas pelo limite de escoamento. Todavia, a rota 1 difere destas duas rotas apenas porque a tenacidade a fratura produzida por esta rota termomecânica é 0,069% menor que a do material como recebido. Já a tenacidade a fratura produzida pela rota 5 é 8,78% menor que a do material como recebido.

Convém destacar que os melhores resultados de tenacidade a fratura foram proporcionadas por microestruturas formadas principalmente por ferrita granular (rotas 2 e 4) seguido do resultado proporcionado pelo aço submetido a rota 3, cuja microestrutura é formada principalmente por ferrita granular e ferrita acicular. Resultados semelhantes foram encontrados Hwang *et al.* (2010), verificando que a microestrutura composta principalmente por ferrita granular apresentou os maiores valores de energia absorvida no ensaio Charpy e menores limites de escoamento e de resistência no ensaio de tração. Entretanto, com

microestruturas formadas por ferrita granular, mas contendo alguns constituintes aciculares, a saber, bainita superior, bainita inferior e martensita, foram obtidos maiores valores de limites de escoamento e de resistência e menores valores de energia absorvida, no entanto esta microestrutura proporcionou a melhor combinação de propriedades mecânicas, associando uma alta resistência mecânica com uma boa tenacidade à fratura.

Jung *et al.* (2009), utilizando um aço API 5L X80, verificaram que a melhor combinação de resistência mecânica e tenacidade a fratura foi proporcionada por uma microestrutura formada de ferrita granular e ferrita quase-poligonal. Ainda segundo os autores, a ferrita granular tem uma boa capacidade de deformação sob cargas dinâmicas.

Feng *et al.* (2010) verificaram que a adição de nióbio promove a formação e refino de ferrita granular, via tratamentos termomecânicos, na região de formação da bainita superior. Neste trabalho foi verificado que a adição deste elemento também proporcionou melhoria nas propriedades mecânicas, onde foi verificado que os melhores resultados de resistência mecânica e tenacidade a fratura no ensaio Charpy foram alcançados com presença de 0,06% de Nb na composição química do aço estudado que continha 0,08%C. Estes resultados foram justificados pela microestrutura composta de ferrita granular e finos precipitados de carbonitreto de nióbio. Entretanto, a partir deste percentual de nióbio, a tenacidade a fratura diminuiu em função do coalescimento dos precipitados, passando a atuar como concentradores de tensão e promovendo trincas.

No trabalho de A. Ghosh *et al.* (2003), as melhores propriedades de tração foram alcançadas com uma microestrutura contendo 91% de ferrita granular e finos precipitados de nitreto, carbeto e carbonitreto de nióbio e titânio, além do precipitado de cobre (Cu-ε). Entretanto, a melhor tenacidade a fratura foi proporcionada por uma refinada microestrutura composta de ferrita granular e finos grãos de ferrita poligonal.

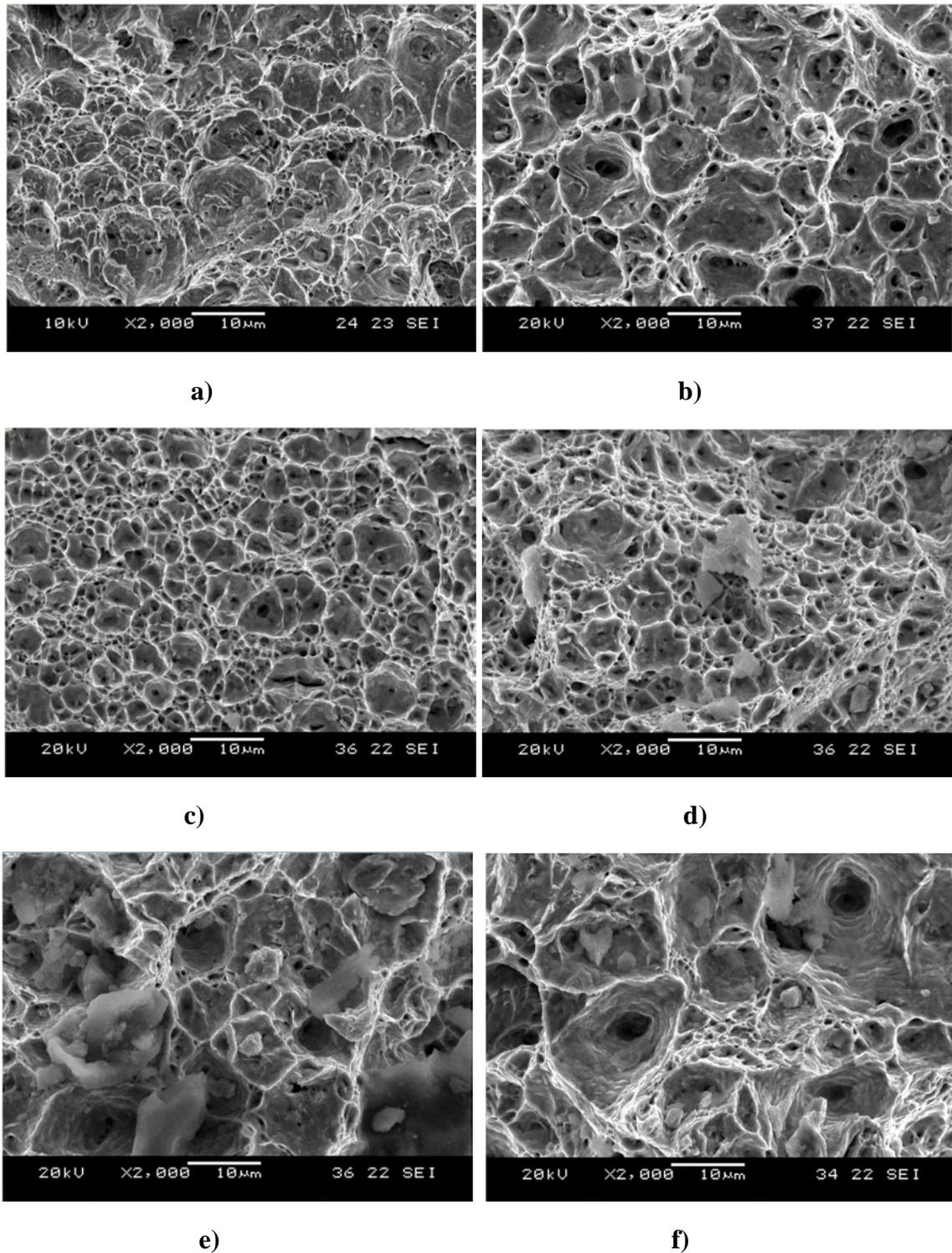
Zhao *et al.* (2002), estudando a influência de tratamentos termomecânicos sobre a microestrutura e propriedades mecânicas de um aço comercial para dutos aplicados na indústria do petróleo de composição química 0,07%C, 0,25%Si, 0,9%Mn, 0,2%Cu, 0,2%Ni, 0,04%Nb, 0,04%V, 0,015%Ti, 0,023%Al, 15ppmS, 70ppmP, 40ppmO, 40ppmN, concluíram que a melhoria das propriedades mecânicas estava relacionada com a presença de ferrita acicular na microestrutura. Quanto maior a quantidade de ferrita acicular, maiores foram as propriedades mecânicas obtidas (resistência mecânica e tenacidade a fratura).

Wang *et al.* (2009) verificaram que os melhores resultados de tração e tenacidade a fratura foram alcançados com uma microestrutura composta por ferrita quase-poligonal, ferrita granular, ferrita bainítica, e um pouco de ferrita poligonal, onde foi concluído que estas propriedades resultaram do menor tamanho de grão e maior densidade de discordâncias e subcontornos apresentada por esta microestrutura, em comparação com as outras microestruturas obtidas compostas principalmente de ferrita poligonal, e um pouco de ferrita quase-poligonal e perlita.

De acordo com Hertzberg (1983), o aumento da tenacidade está relacionado com diversos fatores. Um deles é o meio pelo qual as trincas são defletidas do seu plano normal e direção de crescimento. Tais deflexões de trincas podem ocorrer em contornos de grão e linhas de fluxo. A resistência à fratura de um componente mecânico forjado pode ser consideravelmente melhorada quando as linhas de fluxo de forjamento são orientadas paralelas à trajetória da tensão principal e normal ao caminho da trinca potencial. O tamanho do grão afeta a tenacidade a fratura, pois deve ser considerado que uma microtrinca será impedida de propagar-se por uma barreira efetiva como os contornos dos grãos. Como resultado desta interação, a trinca é forçada a reiniciar a propagação repetidamente e considerável energia será dissipada à medida que a trinca altera a sua direção, na procura de um plano de mais fácil propagação dentro dos grãos. Além disso, segundo Bhadeshia e Honeycombe (2006), quando o tamanho de grão ferrítico é reduzido, a temperatura de transição dúctil-frágil também é diminuída, além de que o limite de escoamento e de resistência é aumentado. Portanto, o refino microestrutural é um importante mecanismo de endurecimento que também proporciona melhoria na tenacidade a fratura dos aços.

### 5.3 Análise das Fraturas

As fraturas provenientes dos ensaios de tração e impacto Charpy foram analisadas via microscopia eletrônica de varredura com o objetivo de verificar o efeito dos tratamentos termomecânicos no mecanismo e morfologia da fratura do aço API 5L X70. As imagens são mostradas nas figuras 5.17 a 5.19 onde foi utilizado um aumento de 2000 vezes.



**Figura 5.17 -** Imagens por MEV das fraturas produzidas pelos ensaios de tração. (a) Material como recebido, (b) rota 1, (c) rota 2, (d) rota 3, (e) rota 4 e (f) rota 5.

O exame fractográfico da superfície de fratura dos corpos de prova de tração oriundos das rotas termomecânicas e material como recebido, figura 5.17, revelou um mecanismo de fratura do tipo dúctil, com extensiva formação de alvéolos (*dimples*). Estes alvéolos possuem formato equiaxial e são de diferentes tamanhos. A fratura com menores alvéolos corresponde àquela oriunda da rota 3, figura 5.17 (d), sendo justificados pela refinada microestrutura

produzidas por esta rota, ou seja, menores grãos. Já os maiores alvéolos foram formados na fratura oriunda da rota 5, figura 5.17 (f). O tamanho dos alvéolos nas fraturas produzidas em ensaios de tração reflete a resistência mecânica do material ensaiado, ou seja, materiais de alta resistência mecânica fornecem fraturas com alvéolos pequenos, já materiais com baixa resistência mecânica fornecem fraturas com alvéolos grandes. Desta forma, também pode-se associar os menores e maiores alvéolos oriundos das rotas 3 e 5 respectivamente, a maior e menor resistência mecânica produzidas por estas rotas.

O mecanismo de fratura dúctil dos metais é classicamente entendido como um processo de falha em que estão envolvidos estágios de nucleação, crescimento e coalescimento de cavidades em nível microscópico no interior do material. A ocorrência destes estágios, entretanto, não se dá de forma sequencial, nem de maneira ordenada. Diferentes regiões apresentam estágios de danos distintos, que evoluem de forma particular em função do carregamento e das características locais da microestrutura. Eventualmente, uma destas regiões irá apresentar maior fração volumétrica de cavidades e uma perda relativa mais acentuada na sua capacidade de suportar carga.

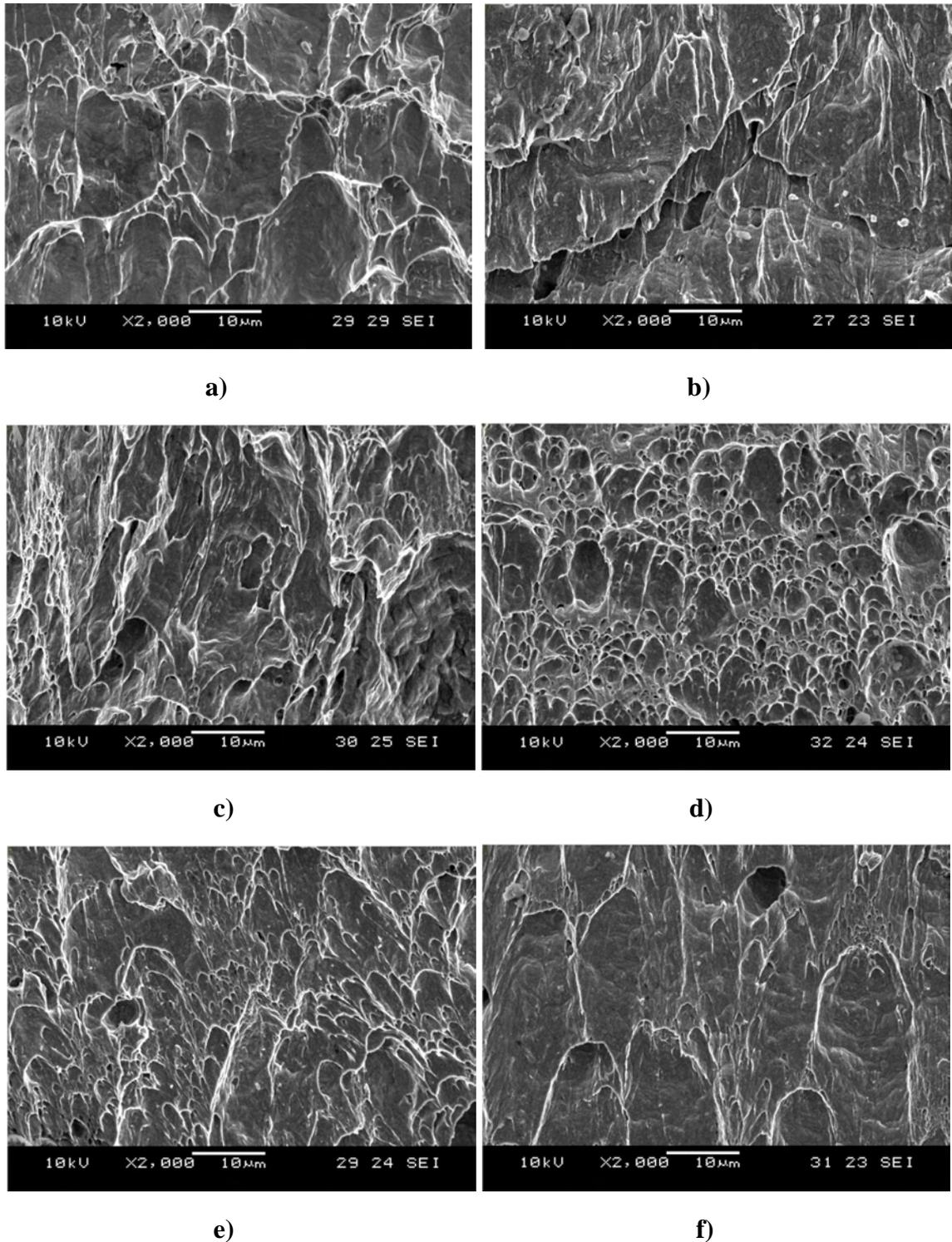
Segundo Sant' Anna (2006), no processo de fratura dúctil, as cavidades tendem a nuclear-se a partir de inclusões. Entretanto, de acordo com Kim *et al.* (2008), os aços microligados modernos apresentam um baixo nível de inclusões e a ocorrência de inclusões alongadas (tipo MnS) é praticamente inexistente, diminuindo a quantidade de sítios preferenciais para nucleação de cavidades durante o processo de fratura do material. Por outro lado, o emprego de elementos de liga formadores de partículas de segunda fase (como carbeto e carbonitretos), gera partículas finamente dispersas na matriz, que embora de diâmetros muito menor que as inclusões não metálicas, estas partículas também podem atuar como concentradores locais de tensão e promover a nucleação de cavidades.

De acordo com Dieter (1981), Os lugares preferenciais para formação das cavidades são inclusões, partículas de segunda fase ou partículas finas de óxidos.

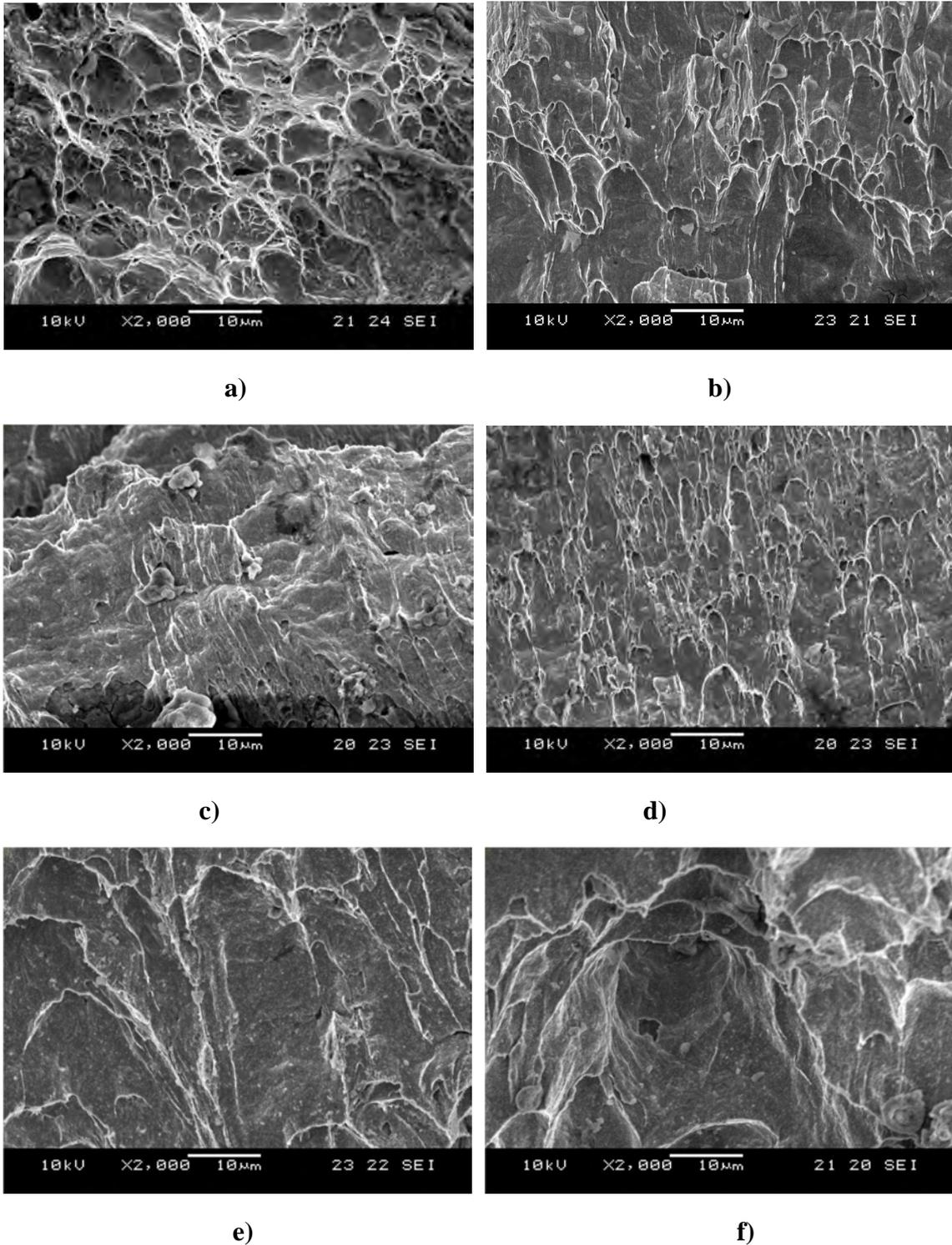
No trabalho de Hashemi *et al.* (2009), os finos alvéolos mostrados na fratura do aço API 5L X70 foram justificados pela sua refinada microestrutura com a presença de finos precipitados.

Assim como nas fraturas produzidas pelos ensaios de tração, figura 5.17, aquelas produzidas pelos ensaios de impacto Charpy a temperatura ambiente e a 0°C, figuras 5.18 e

5.19 respectivamente, também mostraram aspecto dúctil, com formação de alvéolos alongados que, segundo Hertzberg (1983), possuem formato parabólico.



**Figura 5.18 -** Imagens por MEV das fraturas produzidas pelo ensaio de impacto Charpy a temperatura ambiente. (a) Material como recebido, (b) rota 1, (c) rota 2, (d) rota 3, (e) rota 4 e (f) rota 5.



**Figura 5.19 - Imagens por MEV das fraturas produzidas pelo ensaio de impacto Charpy a 0°C. (a) Material como recebido, (b) rota 1, (c) rota 2, (d) rota 3, (e) rota 4 e (f) rota 5.**

Assim como verificado nas fraturas produzidas pelos ensaios de tração, os menores e maiores alvéolos foram formados nas fraturas oriundas das rotas 3 e 5 respectivamente, nas duas temperaturas utilizadas no ensaio Charpy.

## 6. CONCLUSÕES

- As rotas termomecânicas utilizadas neste trabalho produziram microestruturas compostas de variados constituintes característicos dos aços ARBL, a saber: ferrita poligonal, ferrita acicular, ferrita granular, constituinte M/A e austenita retida.
- Com relação aos ensaios de tração, todas as rotas proporcionaram limites de escoamento e ductilidade (deformação total) superiores, comparando com o material como recebido, com exceção da rota 3 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + resfriamento em água à temperatura ambiente) que proporcionou uma deformação total ligeiramente menor. Se tratando do limite de resistência, somente a rota 3 proporcionou um valor maior que o do material como recebido.
- A rota 1 (austenitização a 950°C + resfriamento em substrato metálico à temperatura ambiente) proporcionou a maior ductilidade dentre todas as rotas e material como recebido, onde foi verificado um aumento de 31,67% na deformação total pelo ensaio de tração em relação a este último.
- Em se tratando de resistência mecânica, a rota 3 proporcionou os maiores valores de limites de escoamento e de resistência onde foram verificados aumentos de 36,05 e 4,85% respectivamente em relação ao material como recebido, produzindo, desta forma, um valor de limite de resistência próximo àquele exigido ao aço API 5L X90 como sendo de 695MPa.
- Todas as rotas proporcionaram melhorias na energia absorvida no ensaio de impacto Charpy, em relação ao material como recebido, exceto a rota 5 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + banho de chumbo a 550°C + resfriamento em água à temperatura ambiente).
- O aço ensaiado não apresentou mudança no comportamento, em se tratando da tenacidade a fratura nas duas temperaturas utilizadas.
- Os maiores resultados de energia absorvida no ensaio Charpy foram proporcionados por microestruturas compostas principalmente de ferrita granular, rotas 2 (austenitização a 950°C + resfriamento em água à temperatura ambiente) e 4 (austenitização a 950°C + deformação de 15% + banho de chumbo a 450°C + resfriamento em água à temperatura ambiente), seguido da rota 3, cuja microestrutura é composta principalmente de ferrita granular e acicular.

- Analisando a combinação resistência mecânica / tenacidade a fratura, pode-se concluir que a rota 3 proporcionou propriedades mecânicas otimizadas, ou seja, limite de escoamento, limite de resistência e energia absorvida no ensaio Charpy superiores em relação ao material como recebido. Além disso, a ductilidade, avaliada pela deformação total no ensaio de tração, produzida por esta rota é apenas 1,15% menor em relação a este último.
- As rotas 2 e 4 proporcionaram propriedades mecânicas otimizadas de tenacidade a fratura, ductilidade e resistência mecânica, quando esta é avaliada apenas pelo limite de escoamento. Todavia, a rota 1 difere destas duas rotas apenas porque a tenacidade a fratura produzida por esta rota termomecânica é 0,069% menor que a do material como recebido. Já a tenacidade a fratura produzida pela rota 5 é 8,78% menor que a do material como recebido.
- O exame fractográfico da superfície de fratura dos corpos de prova de tração e impacto Charpy nas duas temperaturas ensaiadas, oriundos das rotas termomecânicas e material como recebido, revelou um mecanismo de fratura do tipo dúctil, com extensiva formação de alvéolos (dimples). Os alvéolos verificados nas fraturas produzidas nos ensaios de tração apresentaram formato equiaxial, já as fraturas produzidas nos ensaios de impacto Charpy nas duas temperaturas ensaiadas mostraram alvéolos com formato parabólico.
- As fraturas dos corpos de prova submetidos a rota 3 mostraram os menores alvéolos, o que está associado com a refinada microestrutura e elevada resistência mecânica proporcionada por esta rota. Já os maiores alvéolos foram verificados nas fraturas dos corpos de prova submetidos a rota 5.

## 7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudar as transformações de fase ocorridas isotermicamente no intervalo de temperatura de 400 a 600°C em diferentes tempos de tratamento, analisando as microestruturas obtidas e avaliando as propriedades mecânicas.
- Estudar o efeito de diferentes percentuais de deformação na evolução microestrutural e propriedades mecânicas ocorrido mediante a rota termomecânica: Austenitização→deformação→resfriamento em água.
- Estudar as transformações de fase ocorridas utilizando diferentes velocidades de resfriamento por meio de dilatometria.
- Utilizar a microscopia eletrônica de transmissão para estudar a formação dos precipitados de cobre, nióbio, vanádio, titânio e constituinte M/A. Além disso, aprofundar a caracterização das fases ferrita acicular e ferrita granular.

## **8. TRABALHOS PRODUZIDOS**

INFLUÊNCIA DE TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS NA TENACIDADE À FRATURA DO AÇO API 5L X70. (CBECIMAT 2010, CAMPOS DO JORDÃO – SP, p. 7193 - 7200).

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DA FERRITA ACICULAR EM UM AÇO API X70 SUBMETIDO A DIFERENTES ROTAS TERMOMECÂNICAS. (CBECIMAT 2010, CAMPOS DO JORDÃO – SP, p. 5298 - 5305).

RELAÇÃO MICROESTRUTURA / PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM AÇO API X70 SUBMETIDO A DIFERENTES ROTAS TERMOMECÂNICAS. (CBECIMAT 2010, CAMPOS DO JORDÃO – SP, p. 7176 - 7183).

## 9. REFERÊNCIAS

- ABDOLLAH-ZADEH, A.; EGHBALI, B.. *Mechanism of ferrite grain refinement during warm deformation of a low carbon Nb-Microalloyed Steel*. Materials Science and Engineering, A547: 219-225, 2007.
- AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO, GÁS NATURAL E BIOCOMBUSTÍVEIS. *Anuário Estatístico Brasileiro do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis 2009*. Rio de Janeiro: ANP, 2009.
- API- AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. Specification for line pipe API 5L, 44° ed., 2007.
- ARAKI, T.; ENOMOTO, M.; SHIBATA, K. *Microstructural aspects of bainite-like ferritic structures of continuously cooled low carbon (<0.1%) HSLA steels*. Materials Transactions - JIM, Vol. 32, n.8, p.729-736, 1991.
- ASM – AMERICAN SOCIETY FOR METALS. *ASM Handbook: Properties and Selection: Irons, Steels and High-Performance Alloys*. 10° ed., Vol.1, 1990. High-strength structural and high-strength low-alloy steels, p. 389-423.
- BATISTA, G. Z.; SOUZA, L. F. G.; BOTT, I. S.; RIOS, P. R. *Estudo da Correlação Microestrutura Propriedades Mecânicas de Aço da Classe API X80*. In: 58° Congresso da ABM, 2003, Rio de Janeiro.
- BHADESHIA, H. K. D. H. *Bainite in Steels: Transformation, Microstructure and Properties*. 2° ed. Cambridge, IOM communications LTD, 2001. 454 p.
- BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. *Steels: Microstructure and Properties*. 3° ed. Elsevier Ltd, 2006. 357 p.
- BOL'SHAKOV, V. I.; SUKHOMILIN, G. D.; KUKSENKO, V. I. *Structure of acicular ferrite part 1*. Metal Science and Heat Treatment, Vol. 51, p. 365-371, 2009.
- DIETER, G. E. *Metalurgia Mecânica*. 2 ed. Rio de Janeiro, Guanabara Dois, 1981. 653p.
- ELDMANN, U.; FREIER, K.; KÜGLER, J.; VLAD, C. M. *Mechanical and Toughness Properties of Separation-Free HSLA Line Pipe Steels for Artic Conditions*. HSLA Steels Technology and Application - Conference Proceedings, 1983, p. 733-741.
- FENG, C.; FANG, H.; BAI, B.; ZHENG, Y. *Microstructure and mechanical properties of FGBA/BG air cooling bainitic steels containing niobium*. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, Vol. 17, n. 4, p. 429-434, 2010.
- FERREIRA, R. A. S. *Transformação de Fase: Aspectos Cinéticos e Morfológicos*. Editora Universitária UFPE, Recife-PE, 2002. 295p.
- FERRER, M. H. *Estudo das Transformações de Fase de Aços TRIP ao Si-Mn Microligados com Nb*. 2003. Tese apresentada para obtenção do título de doutor em engenharia. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo-SP.

FUENTES, M. D.; MENDIA, A. I.; GUTIÉRREZ, I. *Analysis of Different Acicular Ferrite Microstructures in Low-Carbon Steels by Electron Backscattered Diffraction. Study of Their Toughness Behavior*. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 34A, p. 2505-2516, 2003.

GARCÍA DE ANDRÉS, C.; CABALLERO, F. G.; CAPDEVILA, C.; ÁLVAREZ, L. F. *Application of Dilatometric Analysis to the Study of Solid–Solid Phase Transformations in Steels*. Materials Characterization, Vol. 48, p. 101-111, 2002.

GHOSH, A.; DAS, S.; CHATTERJEE, S.; MISHRA, B.; RAO, P. R. *Influence of Thermo-mechanical processing and different post cooling techniques on structure and properties of an ultra low carbon Cu bearing HSLA forging*. Materials Science and Engineering, A348: 299-308, 2003.

GORNI, A. A.; MEI, P.R. *Aços alternativos ao HY-80 sem necessidade de aplicação de têmpera e revenido*. Metalurgia e Materiais. Ouro Preto, 56(4): 287-293, out/dez. 2003.

GORNI, A. A.; SILVEIRA, J. H. D. *Resfriamento acelerado de chapas grossas: o futuro chegou*. Metalurgia e Materiais, 63:564, p. 103-105, 2006.

GRÄF, M. K.; LORENTZ, F. K.; PETERS, P. A.; SCHWAAB, P. *Relationship between Microstructure and Mechanical Properties of Thermo-Mechanically Treated Large-Diameter Pipe Steels*. HSLA Steels Technology and Applications – Conference Proceedings, 1983, p. 801-807.

HASHEMI, S.; MOHAMMADYANI, D.; POURANVARI, M.; MOUSAVIZADEH, S. *On the relation of microstructure and impact toughness characteristics of DSAW steel of grade API X70*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, Vol. 32, p. 33-40, 2009.

HERTZBERG, R. W. *Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials*. 2° ed. New York: John Wiley & Sons, 1983.

HILLENBRAND, H. G.; GRAF, M.; KALWA, C. *Development and production of high strength pipeline steels*. In: Niobium 2001, dec. 02-05, Proceedings Orlando: Florida, 2001. p.

HILLENBRAND, H. G.; LIESSEM, A.; BIERMANN, K.; HECKMANN, C. J.; SCHWINN, V. *Development and production of linepipe steels in grade X100 e X120*. Seminar of X120 grade high performance pipe steels. Technical Conference. China. P.2. July 2005.

HIPPERT JR., E. *Investigação Experimental do Comportamento Dúctil de Aços API-X70 e Aplicação de Curvas de Resistência J-Da para Previsão de Colapso em Dutos*. 2004. Tese apresentada para obtenção do título de doutor em engenharia. Departamento de Engenharia Naval e Oceânica da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo-SP.

HWANG, B.; KIM, Y. M.; LEE, S.; KIM, N. J.; AHN, S. S. *Correlation of Microstructure and Fracture Properties of API X70 Pipeline Steels*. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 36A, p. 725-739, 2005.

HWANG, B.; LEE, C. G.; LEE, T. H. *Correlation of Microstructure and Mechanical Properties of Thermomechanically Processed Low-Carbon Steels Containing Boron and Copper*. Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 41, p. 85-96, 2010.

JING, N.; LI-HUA, Q.; YING-LAI, L.; LEI, M.; YAO-RONG, F.; JIAN-XUN, Z. *Tempering microstructure and mechanical properties of pipeline steel X80*. Transaction of Nonferrous Metals Society of China, p. 573-578, 2009.

JÚNIOR, L. A. S. *Estudo das Transformações de Fase em Pseudo-ZTAs para o Aço API-5L X70 Visando Desenvolvimento de Dispositivo Substrato*. 2008. Dissertação apresentada para obtenção do título de mestre em engenharia mecânica. Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco. Recife-PE.

KIM, Y. M.; LEE, H.; KIM, N. J. *Transformation behavior and microstructural characteristics of acicular ferrite in linepipe steels*. Materials Science and Engineering A, A478: 361-370, 2008.

KNEISSL, A. C.; BALDINGER, P. *Structure and properties of TM processed HSLA Steels*. Journal de Physique IV, Vol. 3, p. 77-81, 1993.

KRAUS, G; THOMPSON, S.W. *Ferrite microstructures in continuously cooled low and ultralow carbon steels*. ISIJ, Vol. 35, n. 8, p. 937-945, 1995.

KREMNEV, L.S; SVISHCHENKO, V.V; CHEPRASOV, D.P. *Structure and Mechanism of formation of granular bainite in steel 20Kh2NaCh*. Metal Science and Heat Treatment, Vol. 39, p. 367-370, 1997.

KREMNEV, L.S; SVISHENKO, V.V; CHEPRASOV, D.P. *Rate range for formation of granular bainite in decomposition of austenite of steel 20Kh2NaCh*. Metal Science and Heat Treatment, Vol. 40, p. 194-196, 1998.

LLEWELLYN, D.T.; HUDD, R.C. *Steels: Metallurgy & Applications*. 3° ed., UK, Elsevier, 1998, 403p.

MANOHAR, P. A.; CHANDRA, T. *Continuous Cooling Transformation Behavior of High Strength Microalloyed Steels for Linepipe Applications*. ISIJ International, Vol. 38, p. 766-774, 1998.

MAZANKOVÁ, E; MAZANEC, K. *Physical Metallurgy characteristics of the M/A constituent formation in granular bainite*. Journal of Processing Technology, Vol. 64, p. 287-292, 1997.

NEVES, F. O.; REGONE, W.; BUTTON, S. T. *Análise do Comportamento Microestrutural de um Aço Microligado por Simulação Física Análoga ao Forjamento a Quente*. In: 15° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBCiMat, Natal-RG, 2002.

PLAUT, R.L; GORNI, A.A; NAKASHIMA, J,T; PEREIRA, M.M; SILVEIRA, J.H.D. *Estudo das propriedades mecânicas do aço API X70 produzido através de laminação*

*controlada*. 45° Seminário de Laminação- processos e produtos laminados e revestidos, Porto de Galinhas, Outubro, 2008. 11p.

QIAO, Z.X; LIU, Z.C; GAO, Z.M. *Formation mechanism of granular bainite in a 30CrNi3MoV steel*. Journal of Alloys and Compounds, Vol. 475, p. 560-564, 2009.

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. Dissertação apresentada para obtenção do título de mestre em engenharia. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo-SP.

RAMÍREZ, M. G.; GORNI, A. A.; LANDGRAF, F.; OGATA, P. H.; GOLDENSTEIN, H. *Caracterização microestrutural de um aço API 5L-X80 através de microdureza e microscopia ótica e eletrônica*. 62° Congresso Anual da ABM – Internacional, Vitória– ES, Brasil, 2007.

SANT' ANNA, P. C. *Influência de Tratamentos Térmicos Inter-críticos na Microestrutura e Propriedades Mecânicas do Aço API 5L X65*. 2006. Tese apresentada para obtenção do título de doutor em engenharia mecânica. Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Campinas. São Paulo-SP.

SHANMUGAM, S.; RAMISETTI, N. K.; MISRA, R. D. K.; HARTMANN, J.; JANSTO, S. G. *Microstructure and High Strength–Toughness Combination of a New 700MPa Nb-Microalloyed Pipeline Steel*. Materials Science and Engineering, 2007, 12p.

SHIGA, C.; KAMADA, A.; HATOMURA, T.; HIROSE, K.; KUDOH, J.; SEKINE, T. *Development of large diameter high strength line pipes for low temperature services*. Kawasaki Steel Technical Report, n.4, Dec. 1981.

SHIN, S. Y.; HWANG, B.; KIM, S.; LEE, S. *Fracture toughness analysis in transition temperature region of API X70 pipeline steels*. Materials Science and Engineering, A429: 196-204, 2006.

SHIN, S. Y.; HWANG, B.; LEE, S.; KIM, N. J.; AHN, S. S. *Correlation of microstructure and charpy impact properties in API X70 and X80 line-pipe steels*. Materials Science and Engineering, A458: 281-289, 2007.

SHOW, B.K.; VEERABABU, R.; BALAMURALIKRISHNAM, R.; MALAKONDAIAH, G. *Effect of vanadium and titanium modification on the microstructure and mechanical properties of a microalloyed HSLA steel*. Materials Science and Engineering, A527: 1595-1604, 2010.

SILVA, A.L.V.C; MEI, P.R. *Aços e Ligas especiais*. 1.ed. São Paulo, Blucher, 2006. 637p.

SILVA, E. S.; BELTRÃO, M. A. N.; BASTIAN, F. L. *Comportamento em Fadiga de Juntas Soldadas Circunferenciais de um Aço API 5L-X80*. In: 18° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais-CBCiMat, Porto de Galinhas-PE, 2008.

SILVA, M. de C. *Determinação Experimental da Tenacidade à Fratura da Zona Termicamente Afetada de Junta Soldada de Aço API 5L X80*. 2009. Tese apresentada para obtenção do título de doutor em engenharia. Departamento de Engenharia Naval e Oceânica da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo-SP.

WANG, W.; SHAN, Y.; YANG, K. *Study of high strength pipeline steels with different microstructures*. Materials Science and Engineering, A502: 38-44, 2009.

XIAO, F.; LIAO, B.; SHAN, Y.; QIAO, G.; ZHONG, Y.;ZHANG, C.; YANG, K. *Challenge of mechanical properties of an acicular ferrite pipeline steel*. Materials Science and Engineering, A431: 41-52, 2006.

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, A335: 14-20, 2002.