

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

**Influência da Taxa de Resfriamento
nas Propriedades Mecânicas e no
Micromecanismo de Fratura de um
Aço Microligado com Nióbio e Titânio**

Autor: **Valdir Alves Guimarães**

Orientador: **Itamar Ferreira**

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Influência da Taxa de Resfriamento nas Propriedades Mecânicas e no Micromecanismo de Fratura de um Aço Microligado com Nióbio e Titânio

Autor: **Valdir Alves Guimarães**

Orientador: **Itamar Ferreira**

CURSO: Engenharia Mecânica

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: Materiais e Processos de Fabricação

Tese de apresentada à Comissão de Pós-Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

Campinas, 1997

S.P. - Brasil



9805655

CHAMADA: F/UNICAMP
Ex. 32961
C. 393/98
D. 11.00
A. 04/03/98
CPD

CM-00106509-0

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

G947i Guimarães, Valdir Alves
Influência da taxa de resfriamento nas propriedades
mecânicas e no micromecanismo de fratura de um aço
microligado com nióbio e titânio. / Valdir Alves
Guimarães.--Campinas, SP: [s.n.], 1997.

Orientador: Itamar Ferreira.
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas,
Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Aço-carbono - Propriedades mecânicas. 2. Mecânica
da fratura. 3. Aço - Tratamento térmico. I. Ferreira,
Itamar. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade
de Engenharia Mecânica. III
. Título.

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

TESE DE DOUTORADO

**Influência da Taxa de Resfriamento
nas Propriedades Mecânicas e no
Micromecanismo de Fratura de um
Aço Microligado Com Nióbio e Titânio**

Autor: **Valdir Alves Guimarães**

Orientador: **Itamar Ferreira**



**Prof. Dr. Itamar Ferreira, Presidente
Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP**



**Prof. Dr. Waldek Wladimir Bose Filho
Universidade de São Paulo - EESC/USP**



**Prof. Dr. Tomaz Manabu Hashimoto
Universidade Estadual Paulista - FEG - UNESP**



**Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos
Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP**



**Prof^a. Dra. Cecília Amélia C. Zavaglia
Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP**

Campinas, 17 de Dezembro de 1997

Dedicatória

Dedico este trabalho à minha namorada Daniela Helena Pelegrine e à memória dos meus pais Israel Alves Guimarães e Carmelita Alves Guimarães.

Agradecimentos

Ao Prof. Itamar Ferreira pela orientação.

Aos colegas do grupo de pesquisa Tácito Brandão Pinto, Enrico José Giordano, Peterson Ferrandine e Pedro Sant'Anna pelas importantes discussões realizadas no decorrer deste trabalho.

Ao Prof. Sérgio Tonini Button pela utilização dos fornos do laboratório de conformação mecânica fina.

Às técnicas Rita Buzo Jacon e Claudia Souto Catani Aoki do laboratório de caracterização de materiais.

À todos os funcionários do DEMA que contribuíram com o desenvolvimento deste trabalho: José Daniel Pisoni Cedro, Maria do Carmo Mariano Ferreira, Antônio Laerte Struzziato, e José Luís Lisboa.

À todos os colegas do Departamento de Materiais e Tecnologia da FEG-UNESP que nunca faltaram com o incentivo e estímulo.

À Daniela pela dedicação e apoio constante.

À COSIPA pelo fornecimento do material.

À BRASIMET pelo tratamento térmico de austêmpera.

À CAPES-PICD pela concessão da bolsa de auxílio.

Sumário

Lista de Figuras.....	i
Lista de Tabelas.....	ix
Nomenclatura.....	xi
Resumo.....	xv
<i>Abstract</i>	xvi
1 - Introdução.....	1
1.1 - Considerações Iniciais.....	1
1.2 - Objetivos.....	3
2 - Revisão Bibliográfica.....	4
2.1 - Aços microligados.....	4
2.2 - Contribuição dos elementos de liga.....	9
2.2.1 - Influência do vanádio.....	11
2.2.2 - Influência do nióbio.....	14
2.2.1 - Influência do titânio	17
2.2.1 - Influência das adições múltiplas.....	19
2.3 - Contribuição da microestrutura.....	21
2.3.1 - Aços ferrítico-perlíticos.....	21
2.3.2 - Aços bifásicos.....	23
2.3.2.1 - Propriedades mecânicas dos aços bifásicos.....	26
2.3.3 - Contribuição da bainita.....	29
2.3.4 - Microestruturas multiconstituídas.....	32

2.4 - Ensaaios de tenacidade à fratura.....	35
2.4.1 - Ensaio K_{IC}	36
2.4.2 - Ensaio J_{IC}	41
2.4.3 - Ensaio CTOD.....	48
2.5 - Micromecanismo de fratura.....	54
2.5.1 - Clivagem.....	55
2.5.2 - Quase-clivagem.....	56
2.5.3 - Fratura alveolar.....	57
2.5.4 - Fratura intergranular.....	60
3 - Materiais e métodos.....	61
3.1 - Material.....	61
3.2 - Ensaaios de dilatométrica.....	62
3.3 - Tratamentos térmicos.....	63
3.3.1 - Ensaaios preliminares.....	63
3.3.2 - Tratamentos térmicos realizados e nomenclatura das condições estudadas	65
3.4 - Ensaaios de tração.....	68
3.5 - Ensaaios de tenacidade à fratura.....	69
3.6 - Ensaaios de dureza.....	73
3.7 - Análise por microscopia óptica.....	72
3.8 Análise por microscopia eletrônica de varredura.....	74
4 - Resultados e discussão.....	76
4.1 - Aspectos microestruturais.....	76
4.1.1 - Microestruturas.....	77
4.1.2 - Fração volumétrica das fases.....	101
4.1.3 - Microdureza das fases.....	103
4.1.4 - Tamanho de grão.....	107
4.2 - Propriedades mecânicas.....	110
4.2.1 - Análise dos resultados de dureza Vickers.....	110
4.2.2 - Análise dos resultados dos ensaios de tração.....	112
4.2.3 - Análise dos resultados dos ensaios de CTOD.....	117

4.2.4 - Comparação entre as diversas condições metalúrgicas do aço API 5L X65	119
4.3 - Análise fractográfica.....	122
5 - Conclusões e sugestões para trabalhos futuros.....	136
5.1 - Conclusões.....	136
5.2 - Sugestões para trabalhos futuros.....	138
6 - Referências bibliográficas.....	139

Lista de Figuras

2.1 -	Produto de solubilidade, em função da temperatura, para oito compostos na austenita	7
2.2 -	Resistência ao crescimento de grão austenítico para vários elementos de liga	18
2.3 -	Influência do teor de carbono nas curvas de energia absorvida em função da temperatura obtidas em ensaios de impacto do tipo Charpy em aços com microestrutura ferrítico-perlítica.....	23
2.4 -	Microestrutura ferrítico - martensítica de um aço bifásico (0,10%C, 0,39 %Mn, 0,17 %Si, Temperado em água a partir de 780 ° C). Ataque Nital 2 %.....	24
2.5 -	Variação do limite de escoamento e do limite de resistência tração em função da fração volumétrica da martensita, para diversos aços bifásicos temperados a partir de 740, 760 e 780 °C	29
2.6 -	Evolução tecnológica das microestruturas dos aços utilizados em tubulações para a indústria petrolífera	32
2.7 -	Geometrias de corpos de prova recomendadas para ensaios de tenacidade à fratura segundo a norma ASTM E 399 - 1991. a) Corpo de prova do tipo SE(B), b) Corpo de prova do tipo C(T)	37
2.8 -	Esquema representativo da forma de aplicação de carregamento para os corpos de provas de tenacidade à fratura dos tipos: (a) C(T); (b) SE(B).....	38
2.9 -	Principais tipos de curvas carga - deslocamento de abertura da boca da trinca obtidas no ensaio K_{IC}	39

2.10 - Geometria de corpos de prova recomendadas para ensaios de tenacidade à fratura segundo a norma ASTM E 813 e ASTM E1290. a) Corpo de prova do tipo SE(B), b) Corpo de prova do tipo C(T)	42
2.11 - Curva J-R obtida pelo ensaio J_{IC}	43
2.12 - Definição da área $A_{plast(i)}$ para o cálculo de J.....	45
2.13 - Esquema de obtenção gráfica do valor J_{IC} a partir da curva J - R.....	46
2.14 - Definição da região de validade dos pontos para a determinação de J_{IC}	47
2.15 - Definição das regiões de distribuição dos pontos para a determinação de J_{IC}	47
2.16 - Representação esquemática da abertura da trinca durante um ensaio de flexão em um corpo de prova do tipo SE(B)	49
2.17 - Curvas características obtidas no ensaio CTOD, mostrando a definição dos pontos (P_c, V_c), (P_u, V_u), (P_m, V_m) que serão utilizados nos cálculos do δ_c , δ_u ou δ_m	52
2.18 - Critério proposto pela ASTM E1290 que define a significância da instabilidade na curva carga-deslocamento para a ocorrência do “pop-in”. (a) “Pop-in” que não deve ser ignorado. (b) “Pop-in” ignorado segundo o critério proposto pela norma	54
2.19 - Fractografia em um aço baixo carbono microligado ao Nb-Ti com microestrutura ferrítico-martensítica apresentando regiões com aspecto alveolar e regiões onde tem-se a presença de facetas de quase-clivagem. Microscopia eletrônica de varredura	57
2.20 - Fractografia em um aço baixo carbono microligado ao Nb-Ti com microestrutura ferrítico-perlítica apresentando regiões com diversos tamanhos de alveolos. Microscopia eletrônica de varredura.....	59
2.21 - Fractografia em uma liga de alumínio 7475 de alta resistência mecânica que apesar de apresentar micromecanismo de fratura alveolar “dimples”, do ponto de vista macroscópico o modo de fratura é considerado frágil, uma vez que estão envolvidos baixos índices de energia durante a ruptura; Microscopia eletrônica de varredura	59
3.1 - Curva de resfriamento obtida para um corpo de prova de 10 mm de diâmetro mergulhado em óleo de têmpera Petronasa 20A sem agitação a partir de 770 °C.....	64

3.2 -	Esquema mostrando as diversas rotas de tratamento térmico utilizadas: (a) austenitização a 920 °C seguido de resfriamento em diferentes taxas, (b) austêmpera em banho de sal mantido em 370 °C por 20 minutos, (c) têmpera intercrítica a 770 °C seguido de resfriamento em diferentes taxas, (d) têmpera intercrítica a 710 °C seguido de resfriamento a 16 °C/s.....	66
3.3 -	Geometria do corpo de prova utilizados nos ensaios de tração.....	68
3.4 -	Geometria do corpo de prova do tipo flexão em três pontos utilizados nos ensaios CTOD.....	69
3.5 -	Forma de retirada e nomenclatura de corpos de prova na forma de chapa.....	70
3.6 -	Esquema representativo do modo de fixação do extensômetro para a medida do deslocamento da ponta da trinca.....	71
3.7 -	Curvas tensão deslocamento obtidas pelo ensaio do tipo CTOD. (a) Critério adotado para a retirada dos valores da carga máxima (Pm) e da componente plástica do deslocamento total (Vp). (b) Método apresentado da pela norma ASTM E 1290 definido quando ocorrer um patamar de início da máxima carga.....	72
3.8 -	Superfície de fratura de um corpo de prova de tenacidade à fratura (MEV).	73
4.1 -	Microestrutura do aço API 5L X65 na condição como fornecida. Ataque: Nital 2%. (a) microscopia ótica - regiões claras - ferrita, regiões escuras - perlita; (b) microscopia eletrônica de varredura, mostrando uma matriz ferrítica (regiões escuras) e regiões lamelares perlíticas (regiões claras).....	81
4.2 -	Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 7 °C/s, onde é possível verificar a presença de três fases Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica; (b) microscopia eletrônica de varredura	82
4.3 -	Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 16 °C/s, onde é possível verificar a presença de três fases Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica; (b) microscopia eletrônica de varredura.....	83

4.4 -	Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 23 °C/s, onde é possível verificar a presença de três fases Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica; (b) microscopia eletrônica de varredura.....	84
4.5 -	Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 50 °C/s, Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica mostrando uma microestrutura constituída de ferrita e martensita sem contornos de grão definidos típica da têmpera convencional em aços de baixo carbono; (b) microscopia eletrônica de varredura, mostrando as placas de martensita em uma matriz ferrítica.....	85
4.6 -	Microestrutura obtida pelo trabalho de SPINELLI, mostrando a morfologia das microfases formadas na região de soldagem de um aço de ultra baixo carbono, onde pode-se notar alguma semelhança com a fase mostrada na figura 4.2 (b). Microscopia eletrônica de varredura. Ataque: nital 2%.....	86
4.7 -	Diagrama de transformação com resfriamento contínuo de um aço 1524 MoV, mostrando a possibilidade de obtenção de diversas combinações microestruturais em função da velocidade de resfriamento. Os números dentro dos círculos correspondem à dureza Vickers para as microestruturas correspondentes.....	87
4.8 -	Diagrama de resfriamento contínuo de um aço contendo 0,15 %C, 0,25 %Si e 1,40 %Mn, indicando que dependendo da taxa de resfriamento utilizada é possível a obtenção de microestruturas constituídas por ferrita (F), perlita (P), martensita (M) e bainita (B)	88
4.9 -	Síntese das microestruturas obtidas pelo aço API 5L X65, austenitizado a 920 °C/s por 40 minutos e resfriado em diferentes taxas. Microscopia eletrônica de varredura. Ataque nital 2%.....	89

4.10 -	Microestrutura do aço API 5L após austenitização a 920 °C por 40 minutos resfriado a 370 °C, mantido por 20 minutos seguido de resfriamento a 50° C/s. Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica mostrando uma microestrutura ferrítica-bainítica; (b) microscopia eletrônica de varredura, mostrando uma matriz ferrítica (regiões escuras) e os produtos de transformação (regiões claras).....	91
4.11 -	Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização a 920 °C por 40 minutos resfriada até 770 °C e mantida por 40 minutos seguido de resfriamento acelerado até a temperatura ambiente a uma taxa de 7 °C/s. Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica (b) microscopia eletrônica de varredura, mostrando a presença de três fases.....	92
4.12-	Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização o a 920 °C por 40 minutos, resfriada até 770 °C e mantida por 40 minuto seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 16 °C/s. Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica; (b) microscopia eletrônica de varredura.....	93
4.13 -	Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização a 920 °C por 40 minutos, resfriada até 770 °C e mantida por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 23 °C/s. Ataque: nital 2%. (a) - microscopia ótica; (b) microscopia eletrônica de varredura.....	94
4.14 -	Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização a 920 °C por 40 minutos, resfriada até 770 °C e mantida por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 50 °C/s, Ataque: nital 2%. (a) - microscopia ótica mostrando uma microestrutura constituída de ferrita (b) microscopia eletrônica de varredura, mostrando as placas de martensita em uma matriz ferrítica.....	95
4.15 -	Esquema representando o enriquecimento de carbono da austenita dentro da região intercrítica	96
4.16 -	Diagrama de resfriamento contínuo do aço 0.38 % C, 0,25 %Si, 1,80 %Mn.....	97

4.17 - Síntese das microestruturas obtidas pelo aço API 5L X65, austenitizado a 920 °C/s por 40 minutos, resfriado a 770 °C, mantido por 40 minutos e resfriado em diferentes taxas. Microscopia eletrônica de varredura. Ataque nital 2%.....	99
4.18 - Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização o a 920 °C por 40 minutos, resfriada até 710 °C e mantida por 40 minuto seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 16 °C/s. Ataque: nital 2%. (a) - microscopia ótica. (b) microscopia eletrônica de varredura	100
4.19 - Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização o a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 16 °C/s, atacado com o reagente de LEPERA É possível identificar com clareza a presença de três fases, onde a ferrita aparece com tonalidade marrom, a bainita escura e a fase constituinte MA com cor branca.....	101
4.20 - Microdureza das fases das amostras aquecidas a 920 °C por 40 minutos em função da taxa de resfriamento.....	105
4.21 - Microdureza das fases das amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico a 770 °C em função da taxa de resfriamento.....	106
4.22 - Micrografias das amostras austenitizadas a 920 °C submetidas a diferentes taxas de resfriamento, obtidas com o mesmo aumento, mostrando microestruturas mais refinadas quando comparadas com o mesmo aço no estado como fornecido. Ataque nital 2%.....	108
4.23. - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico e submetidas a diferentes taxas de resfriamento, obtidas com o mesmo aumento, mostrando que não houve crescimento de grão ferrítico quando comparadas com o mesmo aço no estado como fornecido. Ataque nital 2%.	109
4.24 - Variação da dureza Vickers do aço API 5L X65, austenitizado a 920 °C por 40 minutos em função da taxa de resfriamento.....	111
4.25 - Variação da dureza Vickers do aço API 5L X65, submetido ao tratamento térmico intercrítico a 770 °C em função da taxa de resfriamento.....	111
4.26- Variação do limite de escoamento em função da taxa de resfriamento do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho....	115

4.27-	Variação do limite de resistência à tração em função da taxa de resfriamento do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho.....	115
4.28-	Variação da razão de escoamento (σ_e/σ_t) em função da taxa de resfriamento do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho.....	116
4.29-	Variação do alongamento (A%) em função da taxa de resfriamento do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho...	117
4.30 -	Variação do CTOD (δ_m) em função da taxa de resfriamento do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho.....	118
4.31 -	Relação inversa entre resistência mecânica e tenacidade à fratura.....	120
4.32 -	Variação do CTOD (δ_m) em função do limite de resistência à tração do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho...	121
4.33 -	Variação do CTOD (δ_m) em função do limite de resistência à tração do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho...	122
4.34 -	Fractografia do corpo de prova de tenacidade a fratura da amostra 770°C - 50 °C/s onde pode-se distinguir a região de propagação da trinca por fadiga e da região de propagação estável da trinca durante o ensaio de CTOD sob carregamento monotônico.....	123
4.35 -	Micrografia de uma inclusão não metálica com tamanho médio de 1,8 μm em uma amostra do aço API 5L X65, submetido a austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento a 50°C/s apresentando a sua identificação qualitativa dos principais elementos químicos.....	125
4.36 -	Micrografia de uma inclusão não metálica com tamanho médio de 2,8 μm em uma amostra do aço API 5L X65, submetido ao tratamento térmico intercrítico a 770°C por 40 minutos seguido de resfriamento a 16°C/s apresentando a identificação qualitativa dos principais elementos químicos.....	126
4.37 -	Micrografia de uma inclusão não metálica com tamanho médio de 4,7 μm em uma amostra do aço API 5L X65, submetido a austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento a 50°C/s apresentando a sua identificação qualitativa dos principais elementos químicos.....	127

4.38 -	Micrografia de uma inclusão não metálica com tamanho médio de 6,3 μm em uma amostra do aço API 5L X65, submetido a austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento a 7°C/s apresentando a sua identificação qualitativa dos principais elementos químicos.....	128
4.39 -	Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição como fornecido (CF), mostrando que a fratura apresentou micromecanismo de fratura alveolar com a presença de grande quantidade de microcavidades com tamanhos distintos.....	129
4.40 -	Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 920 °C - 7°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar com a presença de orientação no sentido de propagação da trinca	129
4.41 -	Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 770 °C - 7°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar com a presença de orientação no sentido de propagação da trinca.....	130
4.42 -	Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 920 °C - 16°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar com a presença de orientação no sentido de propagação da trinca.....	131
4.43 -	Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 770 °C - 16°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar...	131
4.44 -	Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 710°C - 16°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar....	131
4.45 -	Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 920 °C - 23°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar...	132
4.46 -	Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 770 °C - 23°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar...	133
4.47 -	Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 920 °C - 50°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar com a presença de regiões com facetas de quase clivagem.....	134
4.48 -	Fractografia da superfície e fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 770 °C - 50°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar com a presença de regiões com facetas de quase clivagem.....	134

Lista de Tabelas

2.1 - Composições típicas de aços bifásicos em porcentagem em peso dos principais elementos	26
2.2 - Equações utilizadas para o cálculo do fator de intensificação de tensão para os corpos de prova do tipo SE(B) e C(T).....	41
2.3 - Equações utilizadas para o calculo de J(i) quando utiliza-se a técnica dos múltiplos corpos de prova para amostras do tipo C(T)	44
2.4 - Equações utilizadas para o cálculo do CTOD utilizando-se corpos de prova do tipo SE(B) e do tipo C(T)	53
3.1 - Composição química em peso dos principais elementos do aço API 5L X65 utilizado neste trabalho.....	61
3.2 - Resultados obtidos para o ensaio de dilatometria para algumas temperaturas de transformação do aço API 5L X65 utilizado neste trabalho.....	62
3.3 - Taxa média obtida para os diferentes meios de resfriamento utilizados neste trabalho.....	65
3.4 - Nomenclatura adotada para cada condição metalúrgica estudada neste trabalho.....	67
3.5 - Valores dos carregamentos e do fator de intensificação de tensão utilizados para a obtenção da pré-trinca por fadiga.....	70
4.1 - Fração volumétrica das fases ferrita, perlita e martensita obtidas pelo trabalho de Santos e colaboradores, onde as amostras foram austenitizadas a 900 ° C por 15 minutos, resfriadas ao ar até uma temperatura entre 600 a 660 °C, seguido de resfriamento acelerado.....	79

4.2 -	Fração volumétrica das fases obtidas para as diversas condições microestruturais obtidas pelo aço API 5L X65.....	102
4.3 -	Microdureza das fases para as diversas condições microestruturais obtidas pelo aço API 5L X65.....	104
4.4 -	Resultados dos valores obtidos de dureza Vickers para o aço API 5L X65, nas diversas condições metalúrgicas estudadas.....	110
4.5 -	Resultados obtidos pelo ensaio de tração para o aço API 5L X65 nas diversas condições metalúrgicas estudadas.....	113
4.6 -	Resultados dos valores obtidos pelo ensaio de tenacidade à fratura do tipo CTOD para o aço API 5L X65, nas diversas condições metalúrgicas estudadas.....	118

Nomenclatura

Letras Latinas

a -	comprimento da trinca	[mm]
A -	alongamento total após a ruptura	[%]
B -	espessura do corpo de prova de tenacidade à fratura	[mm]
E -	módulo de elasticidade	[kgf/mm ²]
P -	carga	[kgf]
t -	tempo	[s]
W -	largura do corpo de prova de tenacidade à fratura	[mm]

Letras Gregas

α -	fase ferrita	
δ -	parâmetro retirado do ensaio CTOD	[mm]
γ -	fase austenita	
ν -	coeficiente de Poisson	
σ -	tensão	[MPa]
$\bar{\sigma}$ -	desvio padrão	

Abreviações

a_0 -	comprimento inicial (original da trinca)	[mm]
A_{c1} -	temperatura na qual inicia a transformação de ferrita em austenita no aquecimento.	
A_{c3} -	temperatura na qual a transformação de ferrita em austenita é completada no aquecimento.	
A_1 -	temperatura de transformação em equilíbrio em aços.	
A_3 -	temperatura de transformação em equilíbrio em aços.	
A_{r1} -	temperatura na qual a transformação de austenita em ferrita é completada no resfriamento.	
A_{r3} -	temperatura na qual inicia a transformação de austenita em ferrita no resfriamento.	
ARBL -	alta resistência e baixa liga.	
°C -	graus Celsius (centígrados).	
CF -	condição do material utilizado no estado como fornecido.	
COD -	deslocamento de abertura da trinca.	[mm]
C(T)	corpo de prova de tenacidade à fratura sollicitado por tração	
CTOD -	deslocamento de abertura da ponta da trinca.	[mm]
CTOD_c -	Parâmetro de tenacidade do ensaio CTOD que determina o início da propagação instável da trinca quando não há ocorrência de propagação estável antes da máxima carga ou antes do primeiro “pop in”.	[mm]
CTOD_m -	Parâmetro de tenacidade do ensaio CTOD que caracteriza o valor da abertura da ponta trinca quando o ensaio atinge o início da máxima carga.	[mm]
CTOD_u -	Parâmetro de tenacidade do ensaio CTOD que determina o início da propagação instável da trinca quando há ocorrência de propagação estável antes da máxima carga ou antes do primeiro “pop in”.	[mm]
HV -	número de dureza vickers.	

J_{IC}	parâmetro de tenacidade à fratura correspondente ao início de propagação estável da trinca.	
K_{IC}	parâmetro de tenacidade a fratura em deformação plana.	
K_f (max) -	fator de intensificação de tensão máximo de fadiga.	[MPa√m]
K_f (min) -	fator de intensificação de tensão mínimo de fadiga	[MPa√m]
K_Q	fator de intensificação de tensão que pode ser igual ao valor de K _{IC} se as condições de validade do ensaio forem satisfeitas.	[MPa√m]
L-T -	orientação de retirada de corpos de prova em chapas no sentido da laminação com propagação da trinca na direção transversal.	
MEV -	microscopia eletrônica de varredura.	
P_c -	carga que determinada o início da propagação instável da trinca quando não há ocorrência de de propagação estável antes da máxima carga ou antes do primeiro “pop in” no ensaio de CTOD.	[kgf]
P_(max) -	carga máxima de fadiga	[kgf]
P_(min) -	carga mínima de fadiga	[kgf]
P_m -	carga máxima do ensaio CTOD	[kgf]
P_u -	carga que determinada o início da propagação instável da trinca quando há ocorrência de de propagação estável antes da máxima carga ou antes do primeiro “pop in” no ensaio de CTOD.	[kgf]
r_p -	fator de rotação plástica de corpos de prova de tenacidade à fratura	
SE(B)	corpo de prova de tenacidade à fratura solicitatado por flexão.	
S-T -	orientação de retirada de corpos de prova em chapas a partir da espessura do material com propagação da trinca na direção transversal	
V_p -	deslocamento da boca da trinca	[mm]
Δa	variação do comprimento da trinca	[mm]

δ_c -	parâmetro de tenacidade do ensaio CTOD que determina o início da propagação instável da trinca quando não há ocorrência de propagação estável antes da máxima carga ou antes do primeiro “pop in”.	[mm]
δ_m -	Parâmetro de tenacidade do ensaio CTOD que caracteriza o valor da abertura da ponta trinca quando o ensaio atinge o início da máxima carga.	[mm]
δ_u -	Parâmetro de tenacidade do ensaio CTOD que determina o início da propagação instável da trinca quando há ocorrência de propagação estável antes da máxima carga ou antes do primeiro “pop in”.	[mm]
σ_e -	limite de escoamento	[MPa]
$\sigma_{e0,2}$ -	limite de escoamento pelo critério de 0,2% de deformação plástica	[MPa]
σ_t -	limite de resistência à tração	[MPa]
σ_y	resistência efetiva do material calculada como a média entre o limite de escoamento e o limite de resistência à tração.	[MPa]

Siglas

ABNT -	Associação brasileira de Normas técnicas
API -	<i>“American Petroleum Institute”</i>
ASTM -	<i>“American Society for testing and Materials”</i>
BS -	<i>“British Standard”</i>
TNR -	Temperatura de não recristalização

Resumo

GUIMARÃES, Valdir Alves. *Influência da taxa de resfriamento nas propriedades mecânicas e micromecanismo de fratura de um aço microligado com nióbio e titânio*. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1997. 180p. Tese (Doutorado)

Nos últimos anos os aços ao carbono comuns têm sido substituídos pelos aços microligados em diversos tipos de aplicações como em estruturas navais, tubulações e em diversos componentes utilizados pela indústria automobilística. Atualmente, grandes esforços tem sido direcionados no sentido de se obter aços com microestruturas que proporcionem melhores combinações de resistência mecânica e tenacidade. O presente trabalho tem por objetivos estudar a influência da taxa de resfriamento, a partir da austenitização completa a 920 °C e a partir da região intercrítica em duas temperaturas (710 e 770 °C), nas propriedades mecânicas, microestrutura e no micromecanismo de fratura, do aço API 5L X65 microligado ao nióbio e titânio. Além disso, verificou-se também a influência da austêmpera na microestrutura e no comportamento mecânico. As propriedades mecânicas analisadas foram limite de resistência à tração (σ_t), limite de escoamento (σ_e), alongamento (A), dureza (HV) e tenacidade à fratura (deslocamento de abertura da ponta da trinca - δ_m). Com a variação da taxa de resfriamento em diferentes rotas de tratamentos térmicos foram obtidas diversas microestruturas para o aço estudado, sendo que em algumas situações foi possível a obtenção de melhores combinações de resistência e tenacidade à fratura. As amostras submetidas a diferentes taxas de resfriamento a partir da austenitização a 920 °C apresentaram microestruturas constituídas de: ferrita-perlita-constituente MA quando o resfriamento foi realizado a 7 °C/s; ferrita-bainita-constituente MA quando o resfriamento foi realizado a 16 e 23 °C/s; e ferrita-martensita para o resfriamento a 50 °C/s. Quando o resfriamento foi aplicado a partir da região intercrítica as microestruturas foram constituídas de ferrita-perlita-constituente MA para a taxa de 7 °C/s; ferrita-martensita-constituente MA para a taxa de 16 e 23 °C/s; e ferrita-martensita para a taxa de 50 °C/s. A amostra austemperada, a partir de 920 °C, apresentou microestrutura constituída de ferrita-bainita-constituente MA. A condição como fornecida, com microestrutura ferrítico-perlítica, apresentou limite de resistência à tração de 620 MPa e tenacidade à fratura $\delta_m=0,35$ mm. As amostras resfriadas a partir da região intercrítica a 7 °C/s apresentaram elevados níveis de tenacidade à fratura ($\delta_m=0,49$ mm); no entanto, apresentaram resistência mecânica inferior à condição como fornecida ($\sigma_t=567$ MPa). As amostras resfriadas a 16 e 23 °C/s a partir de 770 °C apresentaram níveis de tenacidade à fratura inferiores à condição como fornecida, porém apresentaram elevada resistência à tração ($\delta_m=0,34$ mm, $\sigma_t=679$ MPa e $\delta_m=0,24$ mm, $\sigma_t=783$ MPa respectivamente), o que indica uma melhor combinação de propriedades. As condições resfriadas a 16 °C/s a partir de 710 °C ($\delta_m=0,25$ mm, $\sigma_t=669$ MPa) e a condição resfriada a 50 °C/s a partir de 770 °C ($\delta_m=0,12$ mm, $\sigma_t=882$ MPa), apresentaram aumento de resistência mecânica com diminuição de tenacidade à fratura. No caso das condições obtidas por resfriamento a 16 °C/s e 23 °C/s, a partir de 920 °C, houve aumentos simultâneos de resistência mecânica e tenacidade à fratura ($\delta_m=0,39$ mm, $\sigma_t=648$ MPa e $\delta_m=0,39$ mm, $\sigma_t=670$ MPa respectivamente). Através da análise da superfície de fratura das diversas condições estudadas notou-se micromecanismo de fratura alveolar, com exceção das amostras resfriadas a 50 °C/s a partir de 770 e 920 °C, onde foi observado a presença de certa quantidade de facetas de quase-clivagem, que podem ser relacionadas aos baixos índices de tenacidade à fratura obtidos por essas amostras ($\delta_m = 0,12$ mm)

Palavras chaves: Propriedades mecânicas, Aço microligado, Tratamento térmico intercrítico.

Abstract

GUIMARÃES, Valdir Alves. *The effect of cooling rate on the mechanical properties and fracture micromechanisms in a low carbon microalloyed niobium-titanium steel*. Campinas: College of Mechanical Engineering, State University of Campinas (UNICAMP), 1997. 147 p. Doctoral Thesis.

In the last years the plain low-carbon steels have been replaced by the microalloyed steels in several applications as ship structure, pipeline, and several other applications in the automobile industry. Nowadays, a lot of effort has been pointed out to obtain steels with microstructures to improve the relationship between strength and fracture toughness. The purpose of this work is to study the effect of the cooling rate, from complete austenization at 920 °C and from intercritical zone at two different temperatures (710 and 770 °C), on the microstructure, mechanical properties, and fracture micromechanisms, for the API 5L X65 steel - a niobium-titanium microalloyed steel. It was analyzed also the effect of austempering on the microstructure and mechanical properties. The mechanical properties analyzed are yield strength (S_y), tensile strength (S_u), total elongation (El_t), hardness (HV), and fracture toughness (crack tip opening displacement - δ_m). From changing the cooling rate, in different thermal treatment routes, several microstructures were obtained, some of them pointing out a better strength - fracture toughness relationship. The samples submitted to different cooling rates, from the austenization at 920 °C, showed the microstructure as follows: ferrite-perlite-MA constituent for the 7 °C/s cooling rate, ferrite-bainite-MA constituent for the 16 and 23 °C/s, and ferrite-martensite for the 50 °C/s. From the intercritical zone were observed ferrite-perlite-MA constituent for the 7 °C/s cooling rate, ferrite-martensite-MA constituent for the 16 and 23 °C/s, and ferrite-martensite for the 50 °C/s. The austempered sample, from 920 °C, presented ferrite, bainite, and MA constituent. The as received condition, with ferritic-perlitic microstructure, presented tensile strength of 620 MPa and fracture toughness $\delta_m = 0.35$ mm. The samples cooled from the intercritical zone at 7 °C/s presented high level of fracture toughness ($\delta_m = 0.49$ mm); however, they presented strength lower than the as received condition ($S_u = 567$ MPa). The samples cooled at 16 and 23 °C/s, from the intercritical zone at 770 °C, presented fracture toughness level lower than the as received condition, but high level of strength ($\delta_m = 0.34$ mm, $S_u = 679$ MPa, and $\delta_m = 0.24$ mm, $S_u = 783$ MPa, respectively), indicating a better combination of properties. The cooling conditions at 16 °C/s from 710 °C ($\delta_m = 0.25$ mm, $S_u = 669$ MPa) and at 50 °C/s from 770 °C ($\delta_m = 0.12$ mm, $S_u = 882$ MPa) presented strength increase and fracture toughness decrease. For the samples cooled at 16 and 23 °C/s from 920 °C there was strength and fracture toughness increases ($\delta_m = 0.39$ mm, $S_u = 648$ MPa, and $\delta_m = 0.39$ mm, $S_u = 670$ MPa, respectively). It was possible to observe, from the fractography, dimples for all the conditions with exception for the 50 °C/s, from 770 and 920 °C, where it was observed the presence of some quasi-cleavage facets, that can be related to the low level of fracture toughness of these conditions ($\delta_m = 0.12$ mm).

Key words: Mechanical properties, microalloyed steel, Intercritical annealing.

Capítulo 1

Introdução

1.1 - Considerações Iniciais

A necessidade de aperfeiçoamento de projetos tem estimulado pesquisas de desenvolvimento de novas classes de materiais. Nas últimas décadas têm sido realizados estudos intensivos, no sentido de obter subsídios científicos e tecnológicos, sobre o desempenho de novos materiais com o objetivo principal de se obter melhores propriedades mecânicas. No caso dos aços, uma das alternativas utilizadas foi o desenvolvimento de novas composições químicas, de modo que fossem melhoradas as suas características. Estes desenvolvimentos levaram, inicialmente, à produção de aços do tipo ARBL através de adições de elementos de liga que foram utilizados para contribuir com a resistência através de refino de grão e endurecimento por precipitação [1].

Recentemente, surgiram também os aços microligados que representaram um grande avanço, no aperfeiçoamento das propriedades mecânicas de aços de baixo carbono. Nesses aços são introduzidas pequenas adições de elementos formadores de carbonetos, nitretos e carbonitretos, como nióbio, vanádio ou titânio. As duas vantagens principais dessas adições é o refino do grão austenítico e a precipitação de partículas endurecedoras na ferrita que levam o material a adquirir elevada resistência mecânica [2-6]. Esses aços são caracterizados por apresentarem limites de escoamento superiores a 345 MPa e podem ser processados para exibirem elevadas características de tenacidade a baixas temperaturas [7]. Os aços

microligados tem tido uma utilização crescente em estruturas navais, civis e em plataformas marítimas, onde se destaca a fabricação de tubos. A necessidade de transportar óleo e gás a grandes distâncias, através de regiões de temperaturas sub-zero, vem modificando o projeto das tubulações, com o aumento da espessura da parede, do diâmetro do tubo e do crescimento da pressão de trabalho, exigindo aços com alta resistência e boa soldabilidade [8].

Paralelamente a esses desenvolvimentos, foram introduzidos também os aços bifásicos, que apresentam uma microestrutura constituída, basicamente, por ferrita e martensita e se caracterizam por apresentar resistência mecânica comparável com os aços ARBL e grande conformabilidade. Sua microestrutura é descrita como constituída de partículas duras de martensita dispersas em uma matriz dúctil de ferrita. Com o surgimento desse novo material, tem-se conseguido vantagens apreciáveis de utilização, principalmente pela indústria automobilística, quando comparados aos aços utilizados anteriormente [9].

No Brasil o setor automotivo, na qualidade de maior consumidor de produtos laminados planos, tem imposto grandes desafios à indústria siderúrgica, resultando em diversos tipos de desenvolvimentos, tais como: os aços de ultra baixo carbono chamados intersticial free, aços com diferentes graus de estampabilidade, aços multimicroligados, aços bifásicos de alta resistência à fadiga para rodas endurecidos por transformação de fases e novas composições de aços de baixo carbono com teores maiores de silício e manganês microligados com nióbio, titânio e vanádio [10].

De modo geral, apesar dos aços constituírem uma classe de materiais dos mais antigos e tradicionais, ainda permitem introdução de vantagens consideráveis através das variações de composição química e melhoria dos processos de fabricação, que compensam os custos de pesquisa e desenvolvimento. O estudo de novas microestruturas nos aços microligados, pode trazer um novo salto em termos de propriedades mecânicas pela combinação do refino de grão, através da laminação controlada, associado com a combinação sinérgica de microestruturas bifásicas ou multifásicas constituídas de ferrita, martensita e bainita.

Os aços API 5L X65, utilizados neste trabalho, são aços de alta resistência e baixa liga com baixos teores de carbono e microligados ao nióbio - titânio e apresentam níveis de resistência da ordem de $\sigma_e = 450 \text{ MPa}$ (limite de escoamento) e $\sigma_t = 530 \text{ MPa}$ (limite de

resistência a tração). Normalmente são utilizados na fabricação de tubos com costura para oleodutos e gaseodutos na condição como laminados, onde é necessário boa soldabilidade. Apesar desses aços apresentarem níveis de tenacidade à fratura superiores aos aços carbono comuns, é de grande importância conhecer a influência das microestruturas obtidas por tratamentos térmicos e termomecânicos na tenacidade à fratura e nos micromecanismos que leva à ocorrência da falha do material. Com a utilização de diferentes rotas de tratamentos térmicos e variações nas taxas de resfriamento, pode-se obter diferentes microestruturas com granulações bastante refinadas devido à adição de nióbio e titânio, que certamente poderão contribuir para a concepção de aços microligados com melhores níveis de tenacidade à fratura sem prejudicar a resistência mecânica, o que poderá ampliar o atual campo de aplicações desses aços.

1.2 - Objetivos

O presente trabalho tem como objetivos, estudar a influência da taxa de resfriamento a partir de diferentes temperaturas na microestrutura, micromecanismo de fratura e nas propriedades mecânicas (resistência mecânica, ductilidade e tenacidade à fratura), de um aço microligado ao nióbio-titânio. As taxas de resfriamento a serem analisadas são 7, 16, 23 e 50 °C/s a partir da austenitização completa, a 920 °C, e da região intercrítica, em duas diferentes temperaturas: 710 e 770 °C. Será analisada também uma condição austemperada a 370 °C, a partir de 920 °C e resfriada a uma taxa de 50 °C/s. Dentro desse contexto, pretende-se obter, através da variação das taxas de resfriamento em diferentes rotas de tratamentos térmicos, otimização das microestruturas de modo que sejam obtidas melhores combinações de resistência mecânica e tenacidade, quando comparadas ao aço no estado como fornecido.

Capítulo 2

Revisão Bibliográfica

2.1 - Aços Microligados

A partir dos últimos 20 anos, progresso considerável foi obtido no sentido de obter melhorias na resistência mecânica e na soldabilidade de aços de baixo carbono através de microadições e tratamentos termomecânicos controlados. Como resultado, a emergência dos aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) iniciaram uma nova era na história dos aços. Vastamente empregados em estruturas e tubulações, os ARBL têm como característica marcante a presença de elementos de liga adicionado em pequenas proporções, que possibilitam um melhor controle microestrutural e, consequentemente, ganhos em termos de propriedades mecânicas. A ferrita dos aços de alta resistência e baixa liga é normalmente endurecida por refino de grão, endurecimento por precipitação e, em menor extensão, endurecimento por solução sólida. O refino de grão é o mecanismo de endurecimento mais desejável porque tem a capacidade de promover aumentos simultâneos de resistência mecânica e tenacidade. Para diversas aplicações estruturais, um aço é normalmente selecionado a partir do seu limite de escoamento. Pequenas adições de determinados elementos de liga entre 0,02 a 0,08% em peso, teores que parecem insignificantes, em aços com microestrutura ferrítico-perlítica, exercem influência significativa tanto no limite de escoamento como no limite de resistência à tração, servindo como um meio econômico para o aumento da resistência mecânica [11].

Os aços microligados são também conhecidos como aços *ARBL microligados*, porque de fato são aços de alta resistência e baixa liga, uma vez que caracterizam-se por apresentarem limite de escoamento superior a 275 MPa. Apresentam, entretanto, algumas características que os tornam uma classe a parte. O nome microligados resulta da presença de teores bem baixos de elementos como nióbio, vanádio e titânio, adicionados para a obtenção de um perfeito controle da microestrutura, quando associados a um processo especial denominado *laminação controlada* [12].

A laminação controlada é um procedimento onde vários estágios da laminação tem a sua temperatura controlada, com a quantidade de redução de cada passe pré-determinado e com a temperatura de término do processo definida precisamente. Os tratamentos termomecânicos de produtos planos como placas e chapas tem sido utilizados desde a década de 70 e tem possibilitado a produção de materiais com microestruturas mais refinadas, menores teores de carbono e poucas adições de elementos de liga. Estes desenvolvimentos foram iniciados a partir do descobrimento fundamental de HALL e PETCH, em 1950, que mostraram a influência do tamanho de grão sobre a resistência mecânica do aço [13]. HALL e PETCH estabeleceram, experimentalmente, uma relação entre o limite de escoamento e o tamanho de grão. Como consequência surgiu a conhecida equação de HALL-PETCH a qual indica que o limite de escoamento se relaciona de maneira linear com o inverso da raiz quadrada do tamanho de grão, como mostra a equação 2.1 [14,15].

$$\sigma_e = \sigma_i + Kd^{-1/2} \quad (2.1)$$

onde:

σ_e - Limite de escoamento;

σ_i - Limite de escoamento do monocristal;

K - Fator que representa a resistência do contorno de grão;

d - Diâmetro médio do grão.

A equação de HALL-PETCH pressupõe que σ_i e K são constantes do material e não variam com o tamanho de grão. Desse modo, o caminho para o desenvolvimento de materiais mais resistentes estaria diretamente relacionado ao tamanho de grão. Apesar de atualmente já

estar bem estabelecido por diversos pesquisadores que a relação de HALL-PETCH não se adequa muito bem a sistemas metálicos complexos, onde a adição de elementos de liga é utilizada de diversas formas para aumentar a resistência dos metais [15], o desenvolvimento dessa relação se refletiu em um grande esforço no desenvolvimento de processos de produção dos aços para a obtenção de microestruturas com tamanho de grão reduzidos.

A maioria das pesquisas na década de 80 concentraram-se na otimização dos chamados tratamentos termomecânicos, com a intenção de: garantir produtos com propriedades uniformes; aumentar a potência dos laminadores e reduzir os custos pelo intermédio do balanceamento dos elementos de liga e condições de processamento [13]. De modo geral, pode-se dizer que a utilização da laminação controlada tem resultado em melhores combinações entre resistência e tenacidade, e ainda tem propiciado reduções adicionais no teor de carbono dos aços microligados de alta resistência e baixa liga. Esta redução do teor de carbono, além de ser benéfica para a ductilidade, é fundamental para aplicações onde as chapas passarão por processos de soldagem [16]. O objetivo básico da laminação controlada é deformar e refinar os grãos austeníticos, durante o processo de laminação, de modo que sejam produzidos grãos ferríticos finos durante o resfriamento. Apesar da laminação controlada ser o fator determinante para a produção de estruturas refinadas, é importante lembrar que o refino de grão também é influenciado por efeitos complexos do projeto da liga e por todas as etapas do processamento termomecânico que incluem o reaquecimento, tempo de espera, a laminação controlada e o resfriamento [17].

O objetivo do reaquecimento do material, antes da conformação a quente, é basicamente, facilitar o processo de deformação plástica e dissolver os carbonetos ou nitretos que devam ser precipitados em estágios posteriores do processamento. A temperatura de reaquecimento deve ser suficientemente alta para que os passes de desbaste sejam completados na região austenítica; entretanto, devido às altas temperaturas envolvidas no processo, os grãos austeníticos podem se tornar bastante grosseiros. Estes grãos devem ser, então, refinados durante a deformação a quente de modo a produzirem na transformação $\gamma \rightarrow \alpha$, o tamanho de grão ferrítico esperado. As microadições presentes no aço vão possibilitar, durante as diversas etapas de processamento, a precipitação de uma fina dispersão de partículas de carbonitretos, que atuarão no sentido de ancorar os contornos de grãos austeníticos, impedindo o seu crescimento [18].

Examinando as relações de solubilidade de vários carbonetos e nitretos na austenita (figura 2.1), observa-se que existe uma grande faixa de estabilidade de compostos, desde o nitreto de titânio altamente estável até o altamente solúvel carboneto de vanádio. Porém, durante o reaquecimento, se a temperatura for muito elevada e os tempos muito longos, as partículas poderão se dissolver e/ou se coalescer, ocorrendo uma diminuição no efeito de ancoramento, o que acarretará o crescimento de grão austenítico. Daí, a necessidade do balanceamento das microadições, e também, da previsão da presença de compostos mais estáveis para impedir o crescimento de grão em altas temperaturas [12,16].

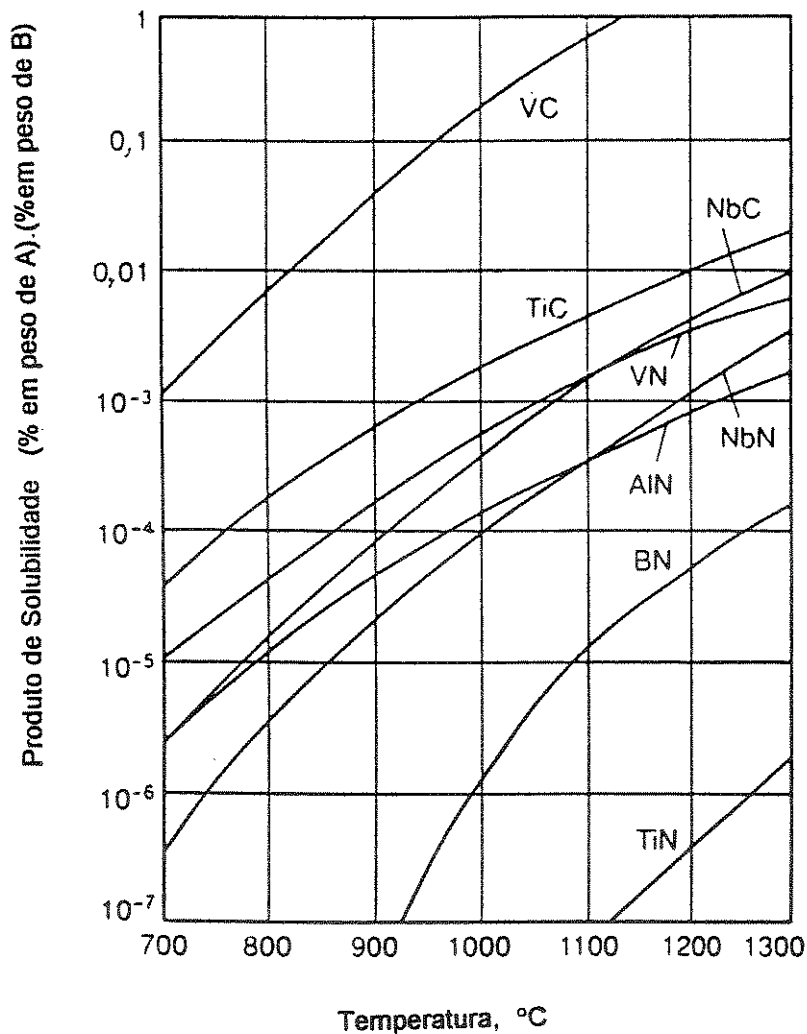


Figura 2.1 - Produto de solubilidade, em função da temperatura, para oito compostos na austenita [16].

Entre os métodos mais comuns de laminação controlada, pode-se destacar os três mais importantes que são:

- ❶ Laminação controlada convencional;
- ❷ Laminação controlada de recristalização;
- ❸ Laminação controlada de recristalização dinâmica.

Estes três métodos utilizam técnicas de processamento diferentes, embora todos eles sejam precedidos por uma operação de desbaste para refinar o tamanho de grão por repetidas recristalizações. No estágio de desbaste, ocorre a precipitação de carbonitretos estáveis para o controle de grão austenítico. Nesse estágio, o nióbio e o titânio são mais efetivos que o vanádio no controle do crescimento de grão, devido à formação de precipitados menos solúveis que os carbonetos de vanádio. No desbaste podem ser encontrados tamanhos de grãos austeníticos da ordem de 20µm. Os grãos austeníticos são, então, deformados e refinados pela laminação controlada durante as operações finais [19].

A **laminação controlada convencional** é baseada na deformação dos grãos austeníticos, formando um grande número de regiões de nucleação nos contornos de grãos, que possibilitará a formação de uma ferrita bastante fina durante a transformação no resfriamento. Este processo requer uma redução total superior a 80% em uma faixa de temperatura onde *a austenita se deforma mas não se recristaliza*. Com a laminação controlada de aços com nióbio é possível a obtenção de grãos ferríticos com tamanhos em torno de 5 a 10 µm (ASTM 10 a 12). Embora a laminação controlada convencional possibilite a obtenção de grãos ferríticos bastante finos, as temperaturas finais de processamento (750 a 950°C) deste método, tem conduzido a utilização de elevadas cargas de laminação para chapas pesadas e para tubos com costura de paredes espessas que, em algumas situações, inviabiliza a sua aplicação em função da potência disponível dos laminadores [19,20].

Para maiores espessuras, o processo mais utilizado é a **laminação controlada de recristalização** que envolve recristalizações sucessivas da austenita em temperaturas abaixo da temperatura de desbaste, mas sempre acima de 900°C, possibilitando que os passes de

laminação sejam realizados em temperaturas mais elevadas, permitindo um melhor controle das cargas dos laminadores. Este processo pode resultar em tamanho de grão ferrítico na ordem de 8 a 10 μm . Já na *laminação controlada de recristalização dinâmica não há tempo suficiente para a recristalização* entre os passes de laminação. Neste processo, a recristalização se inicia durante os passes de laminação mas não se completa totalmente. Normalmente são necessárias apreciáveis reduções, em torno de 100%, para atingir tamanho de grão austenítico de 10 μm , mas quando são utilizadas baixas temperaturas de término, a recristalização dinâmica pode resultar em tamanho de grão ferrítico da ordem de 3 a 6 μm [16].

Um outro meio para promover o refino de grão durante a laminação controlada é o controle das taxas de resfriamento acelerado; no entanto, a utilização de taxas mais altas de resfriamento deve requerer considerações sobre seu efeito no endurecimento por precipitação e nas alterações das microestruturas resultantes, que podem ser composta por ferrita e perlita ou por constituintes aciculares como a martensita e a bainita [20,21].

2.2 - Contribuição dos Elementos de Liga

Dentre as contribuições mais importantes das adições de elementos de liga no desenvolvimento dos aços de baixo carbono, pode-se destacar o refino de grão e o endurecimento por precipitação. Atualmente, pode-se dizer que os mecanismos de aumento de resistência, por intermédio do refino de grão, parecem estar bem estabelecidos e bem entendidos. No entanto, no caso do endurecimento por precipitação, diversos trabalhos tem sido realizados no sentido de esclarecer os mecanismos de formação de precipitados [22-30].

As partículas de precipitados que se formam nas interfaces ferrita/austenita, durante a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$, apresentam tamanhos extremamente pequenos, da ordem de aproximadamente 5 nm em diâmetro, o que dificulta a sua caracterização. No entanto, proporcionam um efeito bastante considerável na resistência mecânica,

devido ao tamanho reduzido e a fina distribuição. Logicamente, a eficiência do aumento de resistência, devido aos mecanismos de precipitação, vai depender da temperatura de austenitização e da solubilidade dos elementos adicionados. As partículas que não se dissolveram na austenita podem auxiliar no refino de grão, mas estarão muito grandes e espaçadas para contribuírem com o endurecimento por precipitação [22].

É importante também distinguir o modo como os elementos de liga estarão contribuindo na resposta, em termos de propriedades mecânicas. Os aços microligados utilizam adições de elementos balanceadas, cuidadosamente, para se atingir um equilíbrio, que possibilitará um perfeito controle microestrutural. Por exemplo, os nitretos de titânio, devido à sua alta estabilidade, podem ser usados para o controle do tamanho de grão austenítico durante o reaquecimento das placas, o nióbio pode ser usado para controlar e elevar a temperatura de não recristalização da austenita [TNR] durante a laminação; o nióbio e/ou o vanádio podem ser usados para se obter endurecimento por precipitação na ferrita [12].

Todos os elementos, utilizados em microadições, formam carbonitretos que poderão se enriquecer de carbono ou nitrogênio durante o processamento do material. Raramente são encontrados na forma de nitretos ou carbonetos puros. Os carbonitretos se formam em temperaturas diferentes, dependendo do elemento de liga utilizado. As temperaturas que eles se precipitam podem ser modificadas pela taxa na qual o aço é resfriado, durante ou após o processamento e pela presença de outros elementos que podem alterar a sua solubilidade. Precipitados formados em temperaturas mais altas e que tem um efeito significativo no controle do tamanho de grão, representam um benefício tanto para a resistência mecânica quanto para a tenacidade; porém, precipitados que se formam em temperaturas mais baixas e que tem um efeito de endurecimento por precipitação na ferrita, apresentam um efeito benéfico na resistência mecânica, mas tendem a diminuir a tenacidade do material. O efeito específico de cada elemento é determinado pela solubilidade e estabilidade de seus carbonitretos nas temperaturas de processamento. De forma geral, as funções primordiais dos elementos de microadição são as seguintes [23]:

- ❶ Formação de precipitados de carbonitretos ricos em nitrogênio estáveis em altas temperaturas quando o aço ainda está na forma austenítica;
- ❷ Formação de carbonitretos em temperaturas inferiores a 1000 °C durante o tratamento termomecânico;
- ❸ Precipitação de carbonitretos durante e após a transformação da austenita em ferrita;
- ❹ Precipitação de carbonitretos na martensita transformada durante o revenido, para promover endurecimento no segundo estágio do revenido;
- ❺ Eliminação da transformação da austenita em ferrita e, consequentemente, formação de bainita;
- ❻ Eliminação da formação de bainita, levando à formação de microestruturas martensíticas;
- ❼ Retirada do carbono e do nitrogênio em solução na ferrita, reduzindo a susceptibilidade do aço ao envelhecimento.

2.2.1 - Influência do vanádio

De forma geral, pode-se dizer que o vanádio é um dos elementos mais utilizados para promover o endurecimento por precipitação nos aços de alta resistência e baixa liga. A exemplo de outros elementos utilizados nas adições, tem uma forte afinidade pelo carbono e pelo nitrogênio e, ao mesmo tempo, apresenta alta solubilidade na austenita em temperaturas relativamente baixas, em torno de 1150 °C [24,25]. Essa característica é muito importante no sentido de maximizar o endurecimento por precipitação, uma vez que o vanádio pode ser dissolvido completamente nas temperaturas de reaquecimento e permanecer em solução, até a sua precipitação na ferrita, na forma de partículas finas de alta estabilidade,

homogeneamente dispersas na matriz. O vanádio é, entretanto, uma adição de alto custo, sendo que o seu potente efeito no mecanismo de endurecimento por precipitação deve ser utilizado de forma criteriosa [26].

A primeira função do vanádio nos aços de alta resistência e baixa liga é o aumento de resistência por precipitação. A temperatura na qual o vanádio forma nitretos e carbonitretos nos aços é, geralmente, abaixo de 700 °C, durante a transformação de austenita em ferrita ou após a transformação, sendo que as partículas são geralmente menores que 300Å em diâmetro. O vanádio é o único, entre todos os elementos de liga, que não retarda a formação de ferrita, de modo que, estruturas que passarão por processos de soldagem apresentarão uma estrutura mais refinada e com maior tenacidade na zona afetada pelo calor. Este efeito particular é obtido quando se utilizam elevados aquecimentos. No entanto, este efeito é afetado pela presença do nióbio, que não deve ser utilizado junto com o vanádio se esta característica pretende ser explorada [27].

Nos aços microligados, o tamanho e distribuição dos precipitados dependem, basicamente, da temperatura de transformação e da presença de elementos de liga. O vanádio apresenta grande importância no processamento dos aços microligados e dos aços laminados de alta resistência e baixa liga, sendo que o seu efeito pode ser aumentado com a elevação do teor de nitrogênio. No entanto, o uso do nitrogênio deve ser bastante cuidadoso porque o produto de solubilidade do vanádio e nitrogênio é extremamente elevado e a precipitação apresentará uma tendência de ocorrer a temperaturas elevadas enquanto o aço é austenítico. Os precipitados, formados na austenita, apresentarão uma tendência ao crescimento e se tornarão muito grosseiros para que possam exercer o efeito no aumento de resistência por precipitação. Além disso, qualquer precipitação de vanádio na austenita reduzirá a quantidade de vanádio disponível para a precipitação na ferrita, o que significa uma perda [28]. Dentro desse aspecto, nos aços microligados ao vanádio, deve-se estar bem estabelecido a influência do nitrogênio no fenômeno de precipitação, uma vez que este elemento exerce forte influência em toda a cinética do processo [29].

Dependendo da composição do aço e da temperatura de reaquecimento, o vanádio pode se precipitar na forma de nitretos, carbonitretos ou carbonetos. Os dados de solubilidade indicam que os nitretos de vanádio apresentam uma menor solubilidade quando comparados

com os carbonetos de vanádio[30]. Os estudos de ROBERTS [31] mostraram que a solubilidade controla a tendência de formação de partículas precipitadas grosseiras e que os nitretos de vanádio apresentam maior capacidade de apresentar uma dispersão mais fina do que os precipitados VC ou V(C,N) com baixos teores de nitrogênio. As grandes taxas de saturação de nitretos de vanádio (VN) que se detecta em aços normalizados, após a laminação a quente, indicam que o vanádio reage, inicialmente, com o nitrogênio e reagirá com o carbono somente após todo o nitrogênio ter sido consumido. Análises termodinâmicas de um aço microligado ao vanádio, contendo teor de carbono em torno de 0,15 % C e teores normais de nitrogênio, mostraram que a maioria do vanádio que se precipitou, durante a decomposição da austenita, apresentaram uma composição próxima a VN [31].

Durante a normalização de aços com altos teores de vanádio e nitrogênio, o vanádio é parcialmente solubilizado na austenita, permitindo também a formação de nitretos de alumínio. Os nitretos de alumínio e as partículas remanescentes de nitreto de vanádio formadas impedem o crescimento de grão austenítico, resultando em grãos ferríticos finos que possibilitam a obtenção de valores elevados de resistência e tenacidade. Durante o resfriamento, é observada uma precipitação adicional de vanádio na ferrita, tendo como consequência, um aumento de resistência mecânica [32,33].

Como mencionado acima, a contribuição no aumento da resistência mecânica, a partir de reações de precipitação, pode ser relativamente grande em aços ao vanádio se as microadições forem utilizadas eficientemente. Os resultados de diversos pesquisadores tem mostrado que a contribuição do endurecimento por precipitação no limite de escoamento, em um teor fixo de vanádio, aumenta gradualmente com o aumento do teor de nitrogênio [34]. O trabalho de BEPARI [35] mostrou também que o aumento do teor de nitrogênio em aços ao vanádio, além de contribuir com o aumento da resistência mecânica, provoca uma diminuição insignificante na temperatura de transição dútil-frágil. É possível verificar também que o nitrogênio pode reduzir significativamente o teor de vanádio, necessário para atingir um determinado nível de limite de escoamento, podendo ser utilizado como um meio alternativo para redução do custo final da liga [30,36].

2.2.2 - Influência do Nióbio

O nióbio é um elemento que apresenta grande importância tecnológica nas adições em aços de baixo carbono. É adicionado em quantidades que variam de 0,01 a 0,10% e os carbonitretos de nióbio, presentes em altas temperaturas, contribuem com a melhora da resistência ao crescimento de grão durante o reaquecimento do material. Os finos precipitados que se formam durante as etapas posteriores do processamento, contribuem com o aumento de resistência por precipitação. No entanto, a maior importância da adição de nióbio está na sua capacidade de promover um substancial refino de grão, durante o tratamento termomecânico[25]. Basicamente, a adição de nióbio retarda a recrystalização da austenita, causando a formação de grãos deformados durante os últimos estágios da laminação. Este efeito vai resultar em uma alta quantidade de contornos de austenita, que irá acelerar a cinética de nucleação de ferrita. Finalmente, durante o resfriamento e com o término da transformação $\gamma \rightarrow \alpha$, estará formada uma microestrutura ferrítica bastante refinada [37].

A contribuição do nióbio nas propriedades mecânicas e no retardo da recrystalização da austenita tem provocado grande interesse e, também, diversas controvérsias durante os últimos 15 anos [38-48]. Diversos pesquisadores têm sugerido que o retardo na recrystalização da austenita, em aços microligados ao nióbio, resulta do ancoramento dos contornos de grãos austeníticos por dois meios: pela precipitação de carbonitretos de nióbio durante a laminação controlada e pela influência de átomos de nióbio em solução na austenita [38-42].

O trabalho de SPEER E HANSEN [39] descreveu as verificações de diversos pesquisadores com relação ao retardo da recrystalização, durante a laminação de aços microligados, proveniente da presença de nióbio em solução sólida na austenita. A melhor evidência deste efeito foi verificada por YAMAMOTO [40] que investigou a influência do nióbio em uma série de aços de baixo carbono. Esse estudo foi realizado em chapas com teor de carbono de 0,002% e teor de nitrogênio estimado em torno de 0,0025%. Os resultados mostraram que a cinética de recrystalização, em um aço contendo 0,05% Nb, foi aproximadamente 50% mais lenta, quando comparada com o aço sem adição de nióbio. Nos aços contendo 0,10% e 0,17% de nióbio, a taxa de recrystalização foi reduzida em cerca de duas vezes, quando comparada com o aço sem adição de nióbio. Devido aos baixos níveis

de carbono e nitrogênio presentes, o retardo da recristalização nesses aços foi atribuída à presença do nióbio em solução sólida. Outro argumento, em favor desse efeito, é baseado no fato de que a recristalização poderia ser influenciada pela solução sólida do nióbio na austenita, logo no início da laminação, quando ainda não se tem evidências diretas que a precipitação esteja ocorrendo. No entanto, a maioria dos pesquisadores acreditam que o principal efeito no retardo da recristalização, ocorre durante a laminação controlada e é resultante da precipitação induzida por deformação de carbonitreto na austenita [43-44].

Os carbonitreto de nióbio se precipitam quando o aço está austenítico, mas geralmente em temperaturas abaixo de 1000 °C. Em aços laminados, o nióbio previne a recristalização do material, o que resulta na formação de grãos ferríticos finos e deformados. Todo o nióbio que não se precipita na austenita, se precipitará na ferrita, o que resultará em um aumento de resistência mecânica. No entanto, o potencial do nióbio no endurecimento da ferrita dependerá da proporção que não se precipitou na austenita. Esse mecanismo de precipitação está relacionado a diversos fatores, tais como a composição do material, a rota de processamento ou a espessura da chapa [45].

O uso eficiente do nióbio, para promover refino de grão e aumento de resistência por precipitação, depende também da utilização de uma temperatura suficientemente alta durante o reaquecimento para a laminação. Se a temperatura for baixa, nem todo o nióbio estará em solução e, deste modo, o seu efeito será apenas parcial. Embora o nióbio possa proporcionar aumento de resistência por precipitação nos aços laminados, ele não é eficaz em aços normalizados. A presença dos precipitados preexistentes que se formam durante a laminação, apresentam tendência de crescimento durante o reaquecimento. O nióbio normalmente não é solubilizado nas temperaturas de normalização e, deste modo, não ocorre uma nova precipitação na ferrita durante o resfriamento [46].

O nióbio pode apresentar uma desvantagem em diversos aços onde o teor de carbono é superior a 0,15%. Nesses aços ocorre uma tendência de diminuição da temperatura de transformação A_r3 e eliminação da formação de ferrita, promovendo, deste modo, a formação de microestruturas com constituintes aciculares de natureza mais frágeis. Isto pode ocorrer na laminação de chapas de pequenas seções e, principalmente, se o grão austenítico estiver grosseiro e a temperatura final de acabamento for relativamente alta. Nessas circunstâncias, o

rápido resfriamento de seções finas poderá provocar a formação de áreas com microestruturas aciculares com baixa tenacidade. Isto pode restringir a aplicação do nióbio em produtos que devem apresentar elevada tenacidade, em utilizações que estão envolvidas baixas temperaturas [23,47]. Entretanto, durante o resfriamento de aços de baixo carbono com teores inferiores a 0,10% C, essa característica pode ser benéfica. Uma vez que a formação de ferrita é inibida, ocorre o aparecimento de microestruturas aciculares que, devido aos baixos teores de carbono, podem apresentar melhores respostas mecânicas em termos de tenacidade [48]. LEE et al [38] também verificaram que, o Nb dissolvido na austenita, apresenta a capacidade de reduzir a temperatura de início de transformação de austenita em ferrita (linha A_{r3}) e favorece a formação de bainita.

A partir dos extensos estudos realizados sobre a influência da adição do nióbio nos aços microligados, pode-se ainda acrescentar algumas constatações extraídas dos resultados experimentais obtidas por diversos pesquisadores, que podem ser resumidos da seguinte forma [38-48]:

- ❶ A solução de nióbio na austenita eleva levemente a linha A_3 ; entretanto, diminui significativamente a linha A_{r3} ;
- ❷ A formação de NbC faz com que o tamanho de grão da austenita recristalizada seja reduzido proporcionalmente, em função da quantidade de nióbio disponível em solução;
- ❸ Os contornos dos carbonetos de nióbio grosseiros preexistentes na austenita, agem como locais preferenciais para a nucleação da ferrita;
- ❹ A atividade do carbono é reduzida pela solução de nióbio devido a forte interação entre o nióbio e o carbono;
- ❺ O nióbio solubilizado apresenta uma forte tendência a segregar-se nos contornos da fase γ/α e reduzir a cinética de crescimento da ferrita em temperaturas intermediárias de transformação.

2.2.3 - Influência do titânio

A principal característica do titânio nos aços microligados é a formação de nitretos em altas temperaturas o que possibilita, deste modo, a sua utilização para reduzir o crescimento de grão austenítico durante a laminação a quente. Entretanto, entre os três elementos comumente mencionados, o nióbio, o vanádio e o titânio, a aplicação do titânio ainda não está suficientemente esclarecida. Isto pode ser devido ao fato de que o titânio é mais suscetível à oxidação, fazendo com que a sua recuperação no processo de fabricação seja pequena e instável, provocando uma variação considerável das propriedades mecânicas e microestruturais dos produtos. Recentemente, novos processos de fabricação diminuíram a perda de titânio pela oxidação, possibilitando melhor controle do seu teor nos aços [49]. Este avanço desencadeou as publicações de diversos trabalhos para esclarecer o efeito do titânio sobre as propriedades dos materiais, analisando vários aspectos tais como: a influência na redução do tamanho de grão austenítico durante a laminação, o controle do aspecto das inclusões de enxofre e a eliminação do crescimento de grão da zona termicamente afetada na soldagem. Estes desenvolvimentos têm estimulado os fabricantes de aço a adicionar uma pequena quantidade de titânio (cerca de 0,015%) para melhorar as suas propriedades, especialmente no que se refere à soldabilidade [16,26].

O titânio apresenta maior capacidade em resistir ao crescimento de grão dos aços microligados, quando comparado a outros elementos de liga, devido à capacidade de formação de carbonitretos mais estáveis, como mostra a figura 2.2 [12,50]. De modo geral, os efeitos benéficos das adições de titânio têm sido descritos por diversos pesquisadores [51-54]. Atualmente sabe-se que uma pequena adição de titânio provoca a formação de diversas partículas estáveis de TiN, durante o resfriamento, a partir da solidificação. Estas partículas podem ser fortemente alteradas por tratamento termomecânico subsequente. Mesmo em regiões de alta temperatura da zona termicamente afetada durante a soldagem, as partículas de TiN são capazes de restringir o crescimento dos grãos austeníticos e refinar a microestrutura transformada, uma vez que o nitreto de titânio é o único composto formado, entre todas as outras adições, que permanece estável em altas temperaturas. A tenacidade da zona termicamente afetada também pode ser melhorada [52].

As adições de titânio em pequenas porcentagens ($< 0,025\%$ Ti) formarão basicamente partículas de TiN, que exercem um efeito determinante no controle do crescimento de grão austenítico. No entanto, o efeito do titânio no mecanismo de precipitação é reduzido, uma vez que os precipitados de TiN, formados logo após a solidificação, são muito grosseiros. Aumentando-se o teor de titânio, será formado inicialmente inclusões de sulfetos de manganês (MnS) e carbosulfetos globulares ($Ti_4C_2S_2$) que funcionarão como controladores do formato das inclusões. Somente após a formação desses dois compostos, que se iniciar-se-a o aparecimento dos carbonetos de titânio (TiC), que poderão ser utilizados para promover o aumento de resistência por precipitação de aços de baixo carbono. Desta forma, a determinação da quantidade de titânio, suficiente para promover aumento de resistência mecânica, deverá ser ajustada, prevendo a formação de nitretos de titânio grosseiros, e carbosulfetos que não participam do endurecimento por precipitação [16].

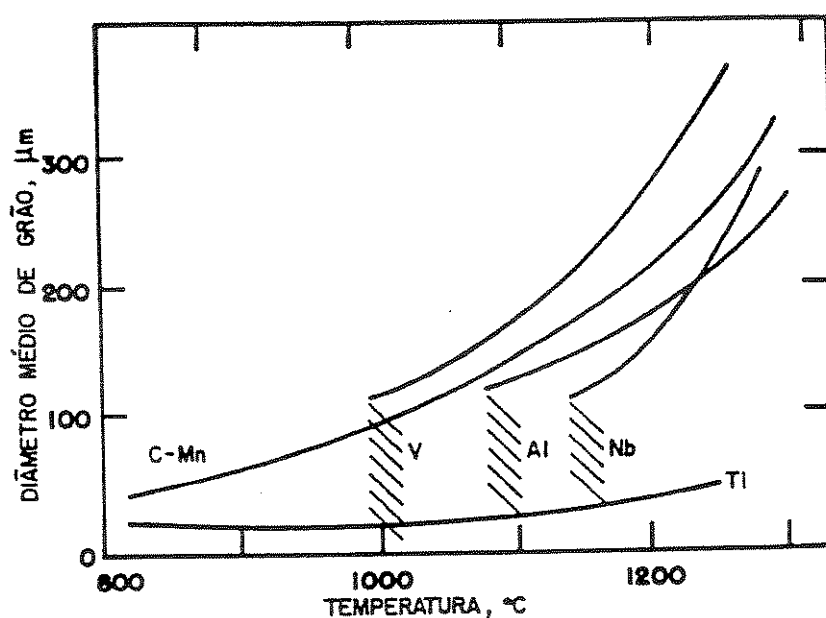


Figura 2.2 -Resistência ao crescimento de grão austenítico para vários elementos de liga [50].

Embora o efeito benéfico do titânio sobre a soldabilidade tenha sido vastamente aceito e aplicado, seu efeito sobre as propriedades do metal base ainda não são claras. O efeito do titânio no refino de grão austenítico é considerado moderado, quando comparado ao nióbio e

ao vanádio e, o acentuado efeito no mecanismo de aumento de resistência por precipitação, pode resultar em perdas severas nos níveis de tenacidade. Foi determinado também que a adição de titânio em barras de aço ao vanádio diminui o efeito do aumento da resistência pela precipitação de $V(C,N)$; entretanto, o mecanismo e o método de recuperação da resistência perdida ainda não está bem conhecido [53].

As chapas de alta resistência e baixa liga para aplicações em processos de conformação a frio normalmente são microligadas ao titânio, uma vez que o titânio provoca um aumento de resistência mecânica e um certo controle no formato dos sulfetos. No entanto, atualmente, com a padronização da produção dos aços com baixos teores de enxofre, este argumento tem diminuído e os efeitos negativos da adição de titânio tem prevalecido. Uma das maiores deficiências dos aços ao titânio é o fato de que as propriedades mecânicas reagem, muito sensivelmente, com as condições de processamento. A variação no limite de escoamento, ao longo do comprimento de uma chapa laminada a quente, com um escoamento nominal de 500 MPa, microligado com 0,12% de Ti, é cerca de 125 MPa, mesmo que as condições de laminação tenham sido muito bem controladas. Este espalhamento é reduzido a menos de 100 MPa em um aço com 0,02% Nb e 0,08% Ti, o que indica que essas limitações não impedem a sua utilização em combinação com outros elementos de liga, de forma que os seus efeitos benéficos possam ser explorados [13,31,51].

2.2.4 - Influência das adições múltiplas

A maioria dos aços microligados, atualmente disponíveis no mercado, apresentam em sua composição química, a associação de dois ou três elementos de microadição. As adições de elementos de liga podem ser combinadas para a produção de aços com combinações adequadas de microestruturas e propriedades. Por exemplo, o vanádio pode ser utilizado com o nióbio em aços obtidos por laminação controlada. O nióbio propiciará a obtenção de microestrutura refinada, resultando em um pequeno aumento de resistência e na melhoria de tenacidade; os carbonitretos de vanádio, que se precipitam em baixas temperaturas, proporcionará um aumento de resistência adicional, mas com alguma perda de tenacidade. Neste caso, a utilização combinada de dois elementos poderá fazer com que o material tenha

um aumento no seu nível de resistência mecânica, associado com valores aceitáveis de tenacidade. Um exemplo deste efeito pode ser demonstrado através da influência do titânio no aumento da eficiência do nióbio. A afinidade do titânio pelo nitrogênio irá proteger o nióbio da formação de nitretos. Este comportamento do Ti irá possibilitar um aumento da solubilidade do nióbio na austenita, resultando no aumento subsequente da precipitação de partículas de Nb(C,N) na ferrita. A adição de 0,04% Ti na produção de chapas por laminação controlada em aços contendo diversos teores de nióbio, pode resultar em um aumento de cerca de 105 MPa no limite de escoamento. A adição combinada de vanádio ou molibdênio pode elevar o limite de escoamento para níveis de até 690 MPa [16].

Embora as adições múltiplas tenham sido vastamente empregadas nos aços microligados, deve-se ter cuidado com o efeito resultante no mecanismo de precipitação. Quando dois elementos estão presentes, o elemento que normalmente se precipita a temperaturas mais baixas sempre apresenta uma tendência a precipitar-se em combinação com o elemento que se precipita em temperaturas superiores. Desta forma, em aços contendo titânio e nióbio, ou titânio e vanádio, o nióbio e o vanádio serão sempre encontrados nos nitretos de titânio que se formam em temperaturas em torno de 1300 °C. Isto pode afetar a função de ambos elementos: do titânio e do nióbio ou vanádio. A precipitação de nióbio ou vanádio com os nitretos de titânio poderá aumentar o tamanho das partículas de nitretos de titânio, interferindo no mecanismo de controle de grão austenítico [23].

É importante deixar bem estabelecido também que, quando mais de um elemento de microadição é utilizado em um aço, embora o benefício obtido possa estar combinado, pode haver diversas interações, de forma que, em determinadas condições, a eficiência individual de cada um pode ser reduzida. A influência da adição de titânio na diminuição do efeito do aumento de resistência do vanádio têm sido publicado por diversos pesquisadores. Dois mecanismos tem sido propostos para explicar este fenômeno. Um deles propõem que V(C,N) e o TiN apresentam a mesma estrutura cristalina (cfc) e parâmetros de rede muito próximos 0,413 a 0,424 nm e 0,424 nm, respectivamente. Isto possibilita que as partículas estáveis de TiN possam funcionar como centros de nucleação para os precipitados de V(C,N) na austenita. A taxa de precipitação de V(C,N) pode ser acelerada pelas partículas preexistentes de TiN por meio de um crescimento direto sobre estas partículas, eliminando o patamar de nucleação. Consequentemente, o teor de vanádio avaliado que poderia se precipitar na matriz ferrítica,

para produzir, um efeito de aumento de resistência, é eliminado [55]. Com relação aos Nb(C,N), esses também apresentam a mesma estrutura cristalina das partículas de TiN e parâmetros de rede muito semelhantes, isto é, 0,444 a 0,447 nm. Consequentemente, a adição de titânio ao aço microligado ao nióbio poderia diminuir o efeito de precipitação a partir dos Nb(C,N), como no caso do V(C,N). No entanto, os resultados experimentais mostraram que os nitretos de titânio preexistentes não diminuem o efeito do endurecimento por precipitação dos Nb(C,N). Outra explicação proposta para o decréscimo do endurecimento por precipitação de V(C,N) em virtude da adição de titânio, é que o titânio combina-se com o nitrogênio para formar TiN, que esgota o conteúdo de nitrogênio para a formação de VN. Considera-se que o efeito de endurecimento do VN é maior que do VC [56].

2.3 - Contribuição da Microestrutura

2.3.1 - Aços ferrítico-perlíticos

A perlita foi provavelmente o primeiro microconstituente que mostrou apresentar um grande efeito sobre as propriedades dos aços, mesmo quando presente em pequenas quantidades. O aumento da fração volumétrica de perlita possibilita um aumento de resistência mecânica e, principalmente, de dureza do material. No entanto, a quantidade de perlita necessária para aumentos mais significativos de resistência, pode acarretar a diminuição de tenacidade e dificuldades de utilização do material em estruturas em que seja necessária a utilização de processos de soldagem. Um exemplo disso foi o reconhecimento, por volta de 1970, que a perlita era o microconstituente que vinha contribuindo com a deterioração da ductilidade e com a fratura frágil, medida pelo ensaio de impacto em aços laminados a quente [57].

Mais recentemente, foi verificada a influência negativa da perlita sobre a soldabilidade em aços para tubos, especialmente devido à fragilização da zona termicamente afetada. Verificou-se também, que o alto teor de carbono do metal base mostrou ser responsável pela pobre integridade estrutural das estruturas soldadas. Além disso, o aumento do limite de

escoamento não é fortemente afetado pelo aumento da fração volumétrica de perlita. A resposta para este dilema levou a diversas pesquisas, no sentido de encontrar caminhos que pudessem levar à diminuição do teor de carbono do aço, com manutenção dos níveis de resistência mecânica anteriormente atingidos, isto é, encontrar mecanismos substitutos para o aumento de resistência conseguido com o aumento da fração volumétrica da perlita. Durante a década de 70 por volta de 1975, com a evolução dos princípios metalúrgicos, foi possível o desenvolvimento de aços de baixo carbono com microestruturas constituídas de ferrita e martensita e, paralelamente, desenvolveu-se também a combinação da laminação controlada com a utilização de microadições. O sucesso desse conceito foi descrito em uma série de conferências internacionais e, a partir dessa época, o carbono deixou de estar entre os requisitos essenciais para o aumento de resistência do material [58].

As pesquisas que se seguiram procuraram auxiliar no desenvolvimento de aços com microestruturas constituídas de ferrita e perlita com bons níveis de tenacidade, de forma que fosse possível obter combinações de alta resistência mecânica e boa soldabilidade. O meio principal, utilizado para atingir estas características, foi através de balanceamentos rigorosos das microadições, controle dos teores de enxofre, reduções adicionais do teor de carbono e maximização do refino de grão, obtido com aperfeiçoamentos da laminação controlada. A figura 2.3 mostra que a tenacidade do material pode ser melhorada sensivelmente, simplesmente com a redução do teor de carbono, sendo que a partir da década de 80 iniciou-se uma utilização crescente de aços com teores de carbono inferiores a 0,10%C [54].

Apesar dos avanços alcançados com estes desenvolvimentos, atualmente, ainda pode-se dizer que é extremamente difícil, se não impossível, obter valores de limite de escoamento acima de 550 MPa em aços microligados ferrítico-perlíticos, principalmente quando se necessita de chapas com maiores espessuras, utilizadas em tubulações (cerca de 18 mm), mesmo com a utilização das técnicas de laminação controlada e do endurecimento por precipitação.

A necessidade em atingir níveis mais altos de resistência mecânica, sem detrimento da tenacidade, tem levado a pesquisas de processamentos de aços de baixo carbono, de modo que estes níveis sejam atingidos. Uma característica importante dos aços microligados, que tem despertado grande interesse, é a possibilidade de obtenção de diversas microestruturas,

resultantes das variações de composição química e da velocidade de resfriamento após o tratamento termomecânico podendo, deste modo, resultar em uma melhor combinação de propriedades [59]. As microestruturas resultantes podem ser compostas de grãos finos de ferrita e perlita, microconstituintes aciculares como a martensita e a bainita e combinações entre estas fases, formando as microestruturas multiconstituídas que podem proporcionar um grande avanço no sentido de atingir os requisitos necessários para aplicações onde se requer alta resistência mecânica e boa tenacidade [60].

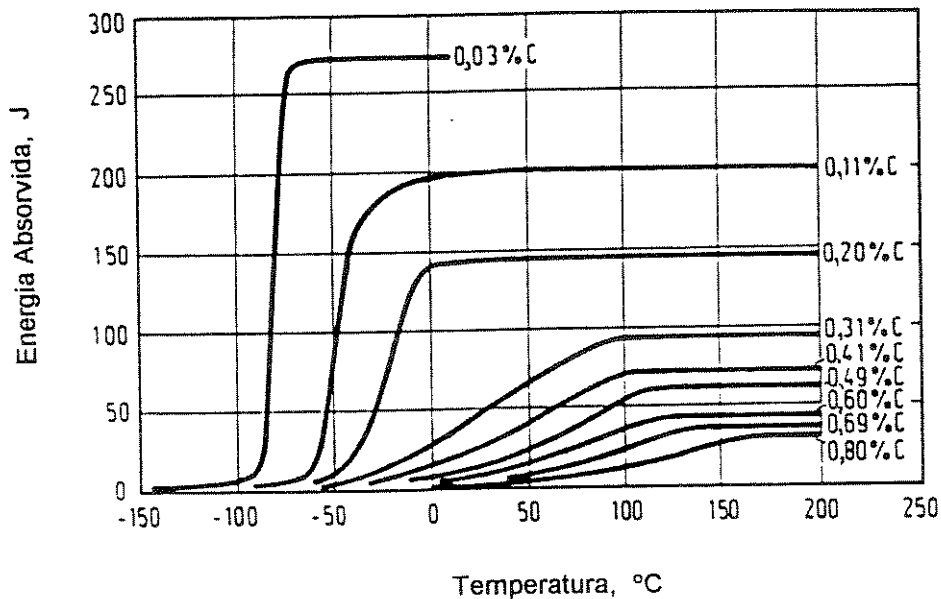


Figura 2.3 – Influência do teor de carbono nas curvas de energia absorvida em função da temperatura, obtidas em ensaios de impacto do tipo Charpy em aços com microestrutura ferrítico-perlítica [54].

2.3.2 - Aços Bifásicos

Os aços bifásicos são considerados uma nova classe de aços de alta resistência e baixa liga, que tem como característica principal a presença de duas fases, constituídas basicamente por ferrita e martensita como mostra a figura 2.4. Os aços bifásicos se caracterizam por apresentar limite de resistência à tração superior a 550 MPa e grande conformabilidade. Sua

microestrutura é descrita como constituída de partículas duras de martensita dispersas em uma matriz dúctil de ferrita. No entanto, na prática, as possíveis microestruturas encontrada nos aços bifásicos são significativamente mais complexas, podendo conter também bainita, austenita e perlita, dependendo da composição do aço e das condições de processamento [61-63].

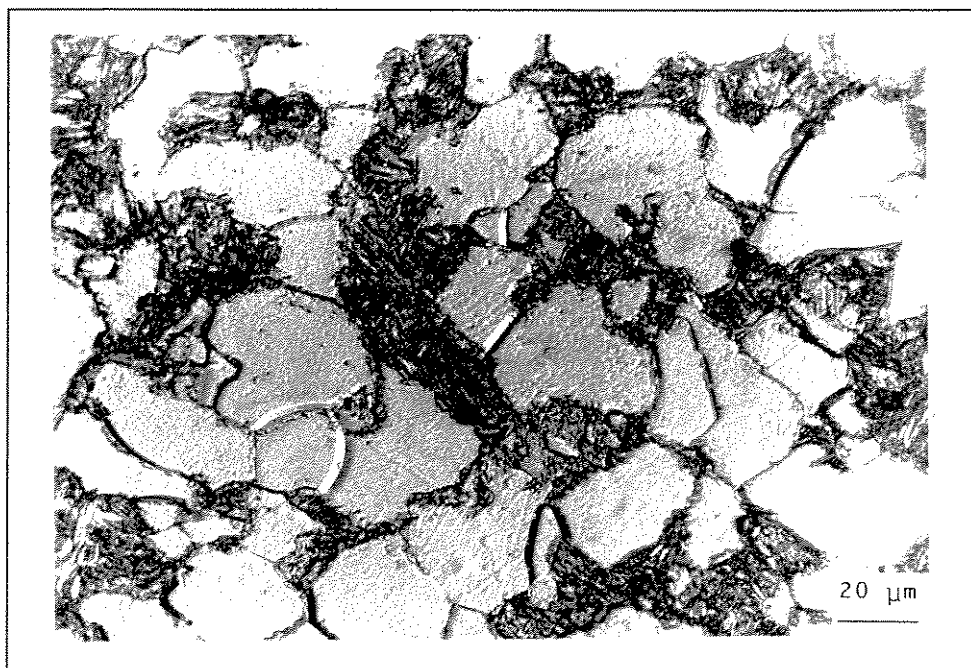


Figura 2.4 - Microestrutura ferrítico-martensítica de um aço bifásico (0,10% C, 0,39% Mn, 0,17% Si; Temperado em água a partir de 780 ° C). Ataque Nital 2 % [72].

O desenvolvimento tecnológico dos aços bifásicos obteve grande impulso a partir de 1975 com as publicações de HAYAMI E FURUKAWA [64] e de RASHID [65], que verificaram que o tratamento térmico intercrítico produzia uma microestrutura ferrítico-martensítica de alta resistência mecânica e com ductilidade superior aos aços de alta resistência e baixa liga. Entretanto, a concepção do desenvolvimento de aços especiais pela combinação de ferrita e martensita já havia sido descrita por TAMURA *et al* [66] por volta de 1973. Esses estudos geraram um grande interesse no sentido de ampliar o conhecimento sobre esse novo material e desencadearam em um grande esforço de diversos institutos de pesquisa, para o desenvolvimento de novas composições químicas, assim como alternativas de processamento que possibilitasse a sua produção em larga escala. Essas pesquisas foram

responsáveis pela promoção de três importantes simpósios sobre o assunto entre os anos de 1977 e 1981 [67-69].

Os primeiros aços com microestrutura constituída de ferrita e martensita foram produzidos em larga escala no Japão e foram derivados dos aços a base de manganês e silício descritos por HAYAMI e FURUKAWA [64]. Os aços bifásicos também podem ser produzidos com adições de cromo, molibdênio e titânio; no entanto, na indústria japonesa sempre notou-se a predominância de baixos teores de elementos de liga nas composições químicas dos aços bifásicos. Isto só é possível devido a existência de modernas instalações para o processamento. A importância da adição de elementos de liga é no sentido de melhorar a temperabilidade, facilitando a formação de martensita durante o tratamento térmico. Este efeito possibilita o processamento contínuo do aço na saída do laminador, onde a chapa em sua dimensão final é mantida por alguns minutos entre as linhas A_1 e A_3 , para que ocorra a formação de uma mistura de ferrita e austenita, seguido de resfriamento controlado para a obtenção da microestrutura desejada.

Atualmente, as composições químicas dos aços bifásicos sofrem alterações em função do seu processo de produção como mostra a tabela 2.1. Geralmente os aços bifásicos apresentam teor de carbono em torno de 0,1%C, o que garante a sua soldabilidade. O teor de carbono também permite a produção de cerca de 20% de martensita na microestrutura após o tratamento térmico intercrítico seguido de resfriamento acelerado. A adição de silício provoca o endurecimento por solução sólida, enquanto que a adição de manganês, em torno de 1 a 1,5 %Mn, têm como função principal aumentar a temperabilidade do aço, possibilitando a transformação da austenita em martensita. Pequenas adições de elementos como vanádio, nióbio e titânio, podem ser utilizadas no sentido de promover o endurecimento por precipitação e controle do tamanho de grão [70].

A utilização desse novo material têm possibilitado, principalmente à indústria automobilística, vantagens apreciáveis em comparação aos aços utilizados anteriormente. Antes do desenvolvimento dos aços bifásicos, os aços com resistência em torno de 550 MPa, que eram produzidos sem o tratamento intercrítico, apresentavam pobre conformabilidade [60]. Os aços bifásicos, com a característica de poder desenvolver elevada tensão após pequena deformação plástica, proporciona uma redução de até 30 % na espessura

das chapas utilizadas em alguns componentes dos automóveis [9,71]. Isso só é possível devido a característica do aço bifásico conseguir aliar propriedades antagônicas, apresentando alto limite de resistência à tração, baixo limite de escoamento e alta ductilidade. Essas características tornam o material atrativo, não apenas para a indústria automobilística, mas também para a indústria de tubos e arames, e para a fabricação de componentes que envolvem processos de deformação a frio [72].

Tabela - 2.1 - Composições típicas de aços bifásicos em porcentagem em peso dos principais elementos [70].

Processo de Produção	C (%)	Mn (%)	Si (%)	Cr (%)	Mo (%)	V (%)	N (%)
Laminado a quente e resfriado a 6 °C/s	0,11	1,43	0,61	0,12	0,08	0,06	0,01
Laminado a frio (Resfriamento a 6 °C/s)	0,11	1,20	0,40	-	-	-	-
Laminado	0,06	0,90	1,35	0,50	0,35	-	-

2.3.2.1 - Propriedades mecânicas dos aços bifásicos

Uma das características mais interessantes dos aços bifásicos é a sua capacidade de absorver deformações. Essa característica, associada a altos níveis de encruamento do material, confere ao produto final elevada resistência mecânica, ampliando o interesse de utilização dessa classe de aços em processos de conformação. Deste modo, torna-se muito importante indicar quais são os parâmetros microestruturais que causam a elevação das características de encruamento do material. Os materiais que são submetidos a processos de conformação, especialmente aqueles que têm suas aplicações em estampagens profundas, requerem descrições detalhadas dos mecanismos de encruamento. Um processo de estampagem só será bem sucedido quando o material for capaz de distribuir as deformações uniformemente e resistir às estricções causadas pelas matrizes [72].

O processo de encruamento dos aços bifásicos, segundo CRIBB e RIGSBEE [73] e MATLOCK *et al* [74] pode ser divididos em três estágios. No primeiro estágio (0,1 a 0,5 % de deformação) ocorre, inicialmente, uma deformação homogênea da matriz ferrítica produzida pela movimentação de discordâncias. Nesse estágio há um encruamento bastante rápido do

material, causado principalmente devido à incompatibilidade de deformação plástica entre as duas fases. O segundo estágio (0,5 a 4% de deformação) é associado a uma deformação de compressão da ferrita, causada pela presença de regiões rígidas de martensita e pela transformação da austenita retida [75]. O terceiro estágio de encruamento (4 a 18 % de deformação) inicia-se com a formação de estrutura celular de discordâncias, sendo que, posteriormente, a deformação será, provavelmente, governada por escorregamentos transversais e por um processo de recuperação dinâmica da ferrita e escoamento da martensita.

Alguns pesquisadores têm demonstrado que, durante a solicitação de tração em aços com microestruturas bifásicas, a martensita não se deforma até que o material atinja o valor máximo de alongamento uniforme. Isto quer dizer que, no momento em que o material atinge o limite de resistência mecânica a matriz também atingiria essa condição, enquanto que a martensita estaria em um estágio incipiente de escoamento[76,77]. Pode-se notar que o comportamento do encruamento dos aços bifásicos é bastante complexo, especialmente nos estágios iniciais de deformação, devido à diferença de resistência entre as duas fases. No entanto, acredita-se que o elevado coeficiente de encruamento no estágio inicial de deformação plástica, contribui com a boa conformabilidade desses aços, quando comparados com outros aços convencionais de alta resistência e baixa liga com níveis de resistência similares [78].

Os trabalhos de SAROSIEK e OWEN [79] e KORZEKAWA *et al* [80] mostraram, através da análise por microscopia eletrônica de transmissão, que a ferrita apresenta uma elevada densidade de discordâncias e não é uniformemente distribuída ao longo do grão. SAROSIEK e OWEN [79] detectaram que a ferrita, em diversas microestruturas pesquisadas, apresentou uma grande densidade de discordâncias em regiões adjacentes à martensita, sendo que próximo ao centro dos grãos maiores de ferrita a densidade é bem menor. Um dos fatores que pode ser atribuído a esta diferença é o fato da ocorrência de uma expansão volumétrica que ocorre na transformação da austenita em martensita. Essa expansão volumétrica causa deformações na interface com a ferrita, o que certamente introduz grande quantidade de discordâncias em regiões próximas aos contornos de grãos. Esta falta de homogeneidade influencia no mecanismo de encruamento do material. A deformação se inicia na ferrita com baixa densidade de discordâncias e, em seguida, se estende às regiões de maiores densidades, com o aumento da tensão aplicada. A alta densidade de discordâncias presente na ferrita será

responsável, também, pela eliminação da formação das bandas de Lüders fazendo com que o escoamento seja contínuo, o que possibilitará a obtenção de um bom acabamento superficial em peças conformadas [70].

Através das análises do comportamento mecânico dos aços bifásicos, é possível notar que esse material apresenta algumas características peculiares, que o tornam uma classe a parte. Dentre os fatores que influenciam, de forma mais acentuada, às propriedades mecânicas dos aços bifásicos, destacam-se a fração volumétrica e o teor de carbono da martensita. Embora alguns trabalhos prévios tenham procurado mostrar que o endurecimento desses aços está relacionado apenas ao volume de martensita [81,82], posteriormente verificou-se que, no caso dos aços bifásicos, pode ser aplicada a teoria de endurecimento de materiais conjugados, indicando que a resistência de uma mistura bifásica varia quase que linearmente com a diferença de resistência entre as duas fases de forma isolada [83]. Os resultados obtidos pelo trabalho de SPEICH e MILLER[76] em uma série de aços contendo 1,5% Mn sustentam essa teoria. O conjunto de curvas mostradas na figura 2.5 mostra que, para os diversos aços estudados, o limite de resistência à tração e o limite de escoamento crescem com o aumento da fração volumétrica da martensita. Para uma mesma fração volumétrica da martensita verificou-se que a resistência à tração foi maior quando os aços foram submetidos ao tratamento térmico intercrítico em temperaturas mais baixas, indicando que o aumento do limite de resistência a tração acompanhou o enriquecimento de carbono da martensita do aço e, consequentemente, a sua dureza.

Quanto ao comportamento da ductilidade dos aços bifásicos, a análise de diversas pesquisas realizadas, indicam a influência de diversos fatores, como o baixo teor de carbono da ferrita, o teor de carbono da martensita e a presença de austenita retida. No entanto, ainda não foi possível estabelecer, de forma isolada, o fator que causa maior influência. Apesar dos aços bifásicos conseguirem conciliar propriedades antagônicas de alta resistência e boa ductilidade, verificou-se, recentemente, que os atuais índices de tenacidade à fratura dos aços bifásicos ainda necessitam ser melhorados [84]. Por outro lado, diversos pesquisadores [85-88] têm verificado a vantagem da substituição de parte da martensita dos aços bifásicos por bainita, que é uma fase de característica acicular de alta resistência mecânica, porém com dureza inferior à martensita, podendo contribuir para uma melhor resposta, em termos de tenacidade.

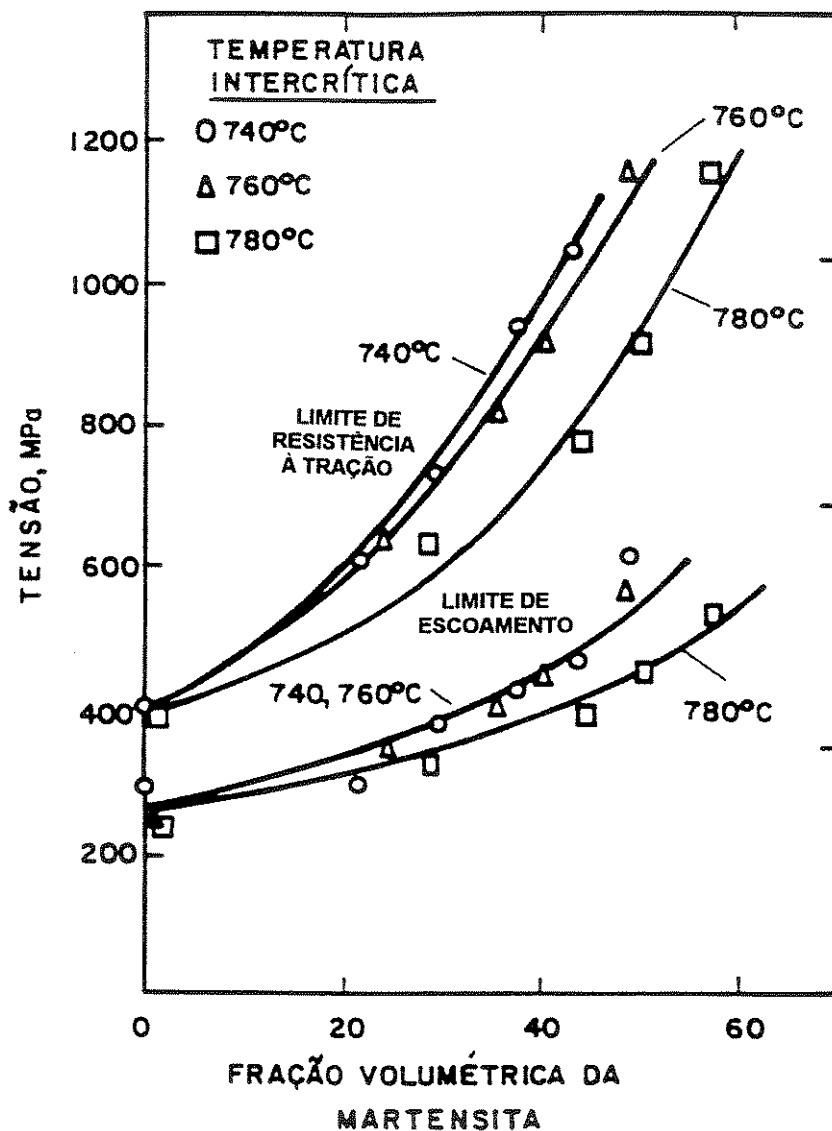


Figura 2.5 - Variação do limite de escoamento e do limite de resistência à tração em função da fração volumétrica da martensita, para diversos aços bifásicos temperados a partir de 740, 760 e 780 °C [76].

2.3.3 - Contribuição da Bainita

Desde a descoberta da bainita por ROBERTSON [89] em torno de 1929, diversas pesquisas tem sido realizadas com o objetivo de alcançar uma melhor compreensão das diversas morfologias que esta fase pode apresentar e, também, quanto à forma de sua obtenção. A bainita pode ser formada tanto sob condições de resfriamento contínuo como por

transformações isotérmicas e se caracteriza por apresentar algumas similaridades com a perlita e com a martensita. Similar à perlita, a bainita é uma mistura das fases ferrita e cementita, e tem a sua formação dependente da difusão de carbono entre a ferrita e a cementita. No entanto, similarmente à martensita, a ferrita que compõe a bainita, pode estar constituída na forma de placas ou ripas, contendo uma estrutura distorcida, indicando que a formação da bainita envolve, simultaneamente, mecanismos de cisalhamento e difusão [90].

Quanto à morfologia, a bainita é classificada de dois modos. A bainita que se forma em temperaturas imediatamente abaixo da temperatura de formação da perlita é denominada bainita superior. Em aços de médio e alto carbono a sua estrutura consiste em grupos de ripas de ferrita intercaladas com partículas grosseiras de cementita. Já a bainita que se forma em temperaturas mais baixas, é chamada de bainita inferior e é constituída de ferrita contendo alta densidade de carbonetos extremamente finos [18]. No caso dos aços com teores de carbono inferiores a 0,10 %C, a microestrutura bainítica também é denominada como ferrita acicular, uma vez que, nesses casos ocorre a formação de uma ferrita com alta densidade de discordâncias e uma granulação extremamente fina e alongada [16].

Embora os aços com microestruturas contendo bainita possam ser obtidos por transformação isotérmica, o processo que se tem utilizado largamente é através do resfriamento contínuo, devido às facilidades de obtenção do material logo após a laminação controlada. Com relação às propriedades mecânicas dos aços bainíticos, um dos efeitos que se têm verificado para explicar as melhores respostas obtidas, principalmente no que se refere à tenacidade, é a granulação extremamente refinada que se obtém com as microestruturas aciculares. No caso dos aços com microestruturas ferrítico-perlíticas, mesmo quando processados com as técnicas de laminação controlada, atingem tamanho de grão em torno de 5 μm , sendo que um refino adicional dificilmente pode ser atingido. Uma microestrutura mais refinada só pode ser conseguida em microestruturas aciculares bainíticas, onde são atingidas granulações em torno de 1 μm e, conseqüentemente, mais tenazes devido à granulação refinada e mais resistentes, uma vez que a transformação bainítica envolve mecanismos de cisalhamento [13].

Essas características têm colocado, atualmente, a bainita como o microconstituente que apresenta maior potencial, em termos de pesquisa e desenvolvimento dos aços de baixo

carbono. A presença de bainita na microestrutura do material, normalmente, tem possibilitado aumentos simultâneos de resistência mecânica e tenacidade. Durante as duas últimas décadas, uma série de aços de baixo carbono com microestrutura ferrítico-bainítica tem sido desenvolvida com sucesso onde se tem utilizado a tecnologia de microadição, e a laminação controlada seguida de resfriamento acelerado. Estes desenvolvimentos têm possibilitado a aplicação desses aços em substituição aos aços com microestruturas ferrítico-perlíticas, que não estavam mais atendendo a algumas exigências, como em oleodutos e gasodutos de grande diâmetros submetidos a baixas temperaturas de trabalho [18,91].

A especificação dos aços utilizados em tubulações para a indústria petrolífera têm-se tornado cada vez mais crítica, uma vez que necessitam de alta resistência mecânica, tenacidade em baixas temperaturas, soldabilidade e resistência à fragilização pelo hidrogênio, características que têm sido atingidas em aços com teores de carbono inferiores a 0,10 %C e com microestrutura constituída de ferrita e bainita. Uma revisão histórica da evolução tecnológica da aplicação dos aços utilizados em tubulações pode ser visualizada na figura 2.6, onde pode-se verificar que as microestruturas ferrítico-perlíticas estão sendo substituídas pelas microestruturas constituídas de bainita quando se necessita elevada resistência mecânica. A utilização das microestruturas bainíticas têm possibilitado a produção de aços das classes API 5L X80 e API 5L X90, que se caracterizam por apresentar limite de escoamento superior a 550 MPa [92].

Basicamente, os aços bainíticos são microligados com cerca de 0,05 % nióbio e 15 ppm de boro. Acompanhado com um alto teor de manganês, a estrutura bainítica pode ser obtida na condição laminada [93]. É comum também encontrar uma fração volumétrica relativamente grande de microfases compostas de constituintes martensíticos/austeníticos (constituintes M/A). A presença de constituintes M/A deve ser controlada durante o processamento uma vez que esta fase é normalmente mencionada como um elemento que pode provocar fragilização da microestrutura, podendo reduzir a integridade das estruturas soldadas. As microfases M/A normalmente se formam devido à segregação de carbono nas interfaces entre a ferrita e a bainita e também, devido as taxas de resfriamento relativamente altas (em torno de 15 a 25 °C/s) que são utilizadas para a obtenção dessas microestruturas [13,94,95].

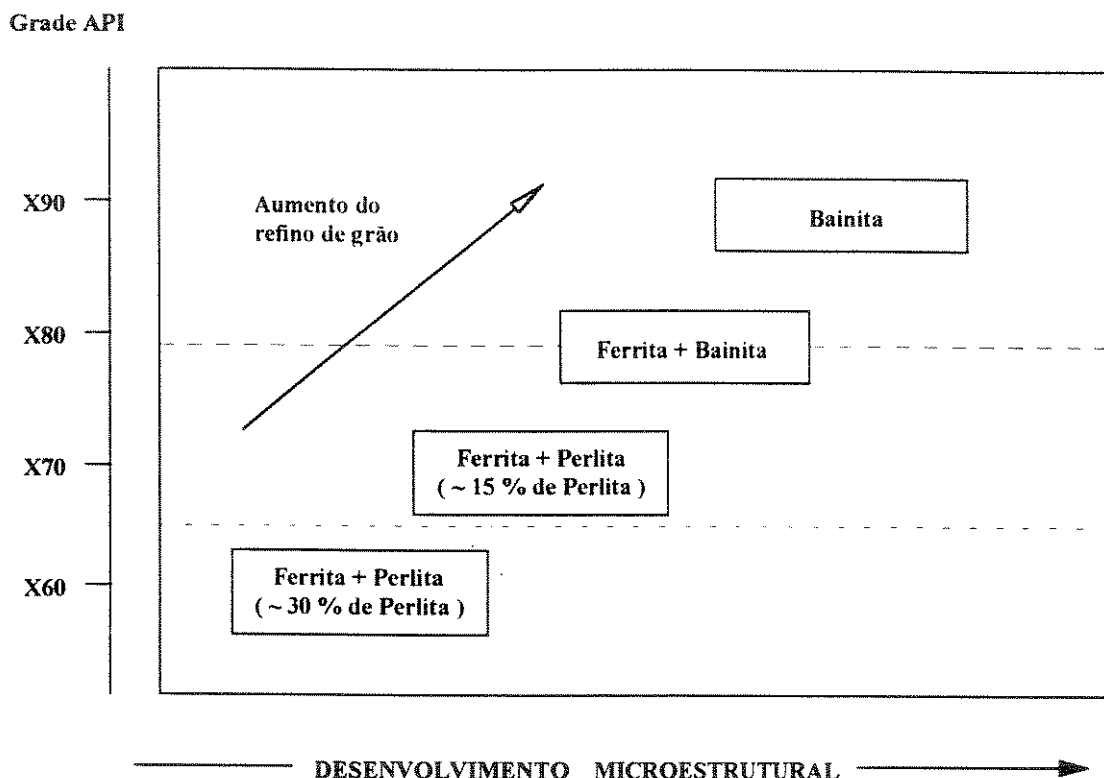


Figura 2.6 - Evolução tecnológica das microestruturas dos aços utilizados em tubulações para a indústria petrolífera [92].

2.3.4 - Microestruturas multiconstituídas

De acordo com o item anterior, foi possível verificar que, a substituição das microestruturas ferrítico-perlíticas por microestruturas constituídas de ferrita mais bainita, tem resultado em melhores combinações de resistência mecânica e tenacidade. Porém, é importante observar que, apesar das microestruturas dos aços serem normalmente descritas como sendo ferríticas, bainíticas ou martensíticas, atualmente é bem conhecido que essas microestruturas são frequentemente, se não em todas as vezes, complexas e heterogêneas em sua natureza. Embora a matriz seja predominantemente ferrítica, bainítica ou martensítica, é raro quando não exista pelo menos uma ou duas fases ou microconstituintes presentes em menor quantidade [13,96].

Existem casos onde a presença das fases menores ou microconstituintes são aparentes e bem documentadas, como a perlita em aços ferrítico-perlíticos e a martensita em aços bifásicos. No entanto, em algumas situações, existe uma dificuldade extremamente grande de caracterização de alguns microconstituintes que se apresentam com frações volumétricas reduzidas, como no caso da bainita em aços martensíticos e dos constituintes M/A que frequentemente estão presente em aços ferrítico-bainíticos e em estruturas soldadas. A dificuldade de identificação normalmente é decorrente da pequena diferença de contraste, que se obtém através da observação por microscopia ótica com os reagentes mais comuns, utilizados nos procedimentos metalográficos. Essas dificuldades tem levado a diversas pesquisas, no sentido de melhorar a caracterização dessas microestruturas [97-99].

Apesar da dificuldade da quantificação e controle das microfases que se formam, a presença desses constituintes na matriz das microestruturas podem apresentar um efeito poderoso nas propriedades finais dos aços. No trabalho de BOYD *et al* [19] foram pesquisadas uma série de microestruturas em um aço de baixo carbono microligado com Ti-V-N, onde foram obtidas diversas combinações de fases como ferrita-perlita, ferrita-perlita-constituintes M/A, ferrita-perlita-bainita-constituintes M/A e ferrita-constituintes M/A. Verificou-se que essas diversas composições microestruturais são capazes de produzir uma vasta faixa de tenacidade e resistência à tração e apresentaram forte influência na energia absorvida para a fratura dútil e na temperatura de transição dútil-frágil.

Os aços com microestruturas multiconstituídas, assim como os aços bainíticos, apresentam um comportamento de deformação diferente quando comparado aos aços convencionais de baixo carbono com microestrutura ferrítico-perlítica. Os aços com microestruturas multiconstituídas caracterizam-se por apresentar escoamento contínuo, enquanto os aços ferrítico-perlíticos apresentam patamar de escoamento bem definido. Segundo TANAKA [100] e PEJAVAR [101], quando a formação da segunda fase envolve mecanismos de difusão, como nos aços ferrítico-perlíticos, ocorre uma descontinuidade na curva tensão-deformação, resultando em uma queda repentina na tensão de escoamento. Durante a deformação ocorre um acúmulo de discordâncias nos contornos de grão que irão se movimentar quando o limite de escoamento é atingido. No entanto, quando a segunda fase é produzida por mecanismos de cisalhamento são geradas, durante a formação da

microestrutura, uma grande quantidade de discordâncias de alta mobilidade que irão possibilitar maior uniformidade na deformação, fazendo com que a curva tensão-deformação seja contínua.

Normalmente, os aços que não apresentam patamar de escoamento, tem como características, baixo limite de escoamento, alta deformação uniforme e alto coeficiente de encruamento, características que são excelentes para a sua utilização em componentes que são submetidos a processos de conformação a frio [72]. O trabalho de PARK *et al* [102] verificou que os aços, com microestruturas constituídas de ferrita-bainita e com microestrutura trifásica ferrita-bainita-martensita, apresentaram conformabilidade superior, quando comparadas às microestruturas bifásicas constituídas de ferrita e martensita. As microestruturas ferrítico-martensíticas apresentam pobre conformabilidade, devido à facilidade de nucleação de grande número de microtrincas que se formam durante o processo de conformação. Essas microtrincas são formadas facilmente nos aços bifásicos, devido à deformação plástica heterogênea que ocorre entre a fase martensítica de alta dureza e a matriz dútil de ferrita.

No caso das microestruturas multiconstituídas ocorre uma deformação mais homogênea, onde todos os grãos são deformados e alongados na direção do carregamento. Essa alta resistência ao surgimento de trincas das microestruturas multifásicas e das microestruturas ferrítico-bainíticas, foi atribuída à uma melhor compatibilidade de dureza entre a matriz e a segunda fase, o que favorece sensivelmente o processo de conformação. Essa característica dos aços multifásicos amplia sensivelmente as possibilidades de utilização do material em diversos tipos de aplicações, inclusive em componentes utilizados pela indústria automobilística.

Através dessas verificações, percebe-se que os aços com microestruturas multiconstituídas apresentam um futuro promissor. Em alguns casos, os avanços que se obtém com essas microestruturas podem ser extremamente importantes. No entanto, ainda é necessário um grande esforço de pesquisa para um perfeito desenvolvimento dessas microestruturas que possibilitarão a sua produção em escala industrial [103].

2.4 - Ensaios de tenacidade à fratura

Um dos maiores problemas atuais no acompanhamento da integridade de componentes mecânicos é a possibilidade de ocorrência de uma fratura frágil, repentina e inesperada, mesmo quando o componente esteja submetido a condições normais de operação. O dano que pode ocorrer em uma estrutura, principalmente se houver a presença de um concentrador de tensão, vai depender, basicamente, da capacidade do material absorver deformações plásticas localizadas e provocar uma região deformada na ponta da trinca. Um arredondamento da ponta da trinca retarda a possibilidade de ocorrência de uma fratura catastrófica. Consequentemente, qualquer efeito que afete a capacidade de deformação do material, afetará as suas características de fratura [104].

Qualquer mecanismo metalúrgico de endurecimento indicado para aumentar a resistência mecânica, irá simultaneamente restringir a capacidade do material de se deformar plasticamente diminuindo a sua resistência à fratura. Existem três fatores externos ao material que contribuem para a ocorrência de uma fratura prematura [105]:

- ❶ A presença de entalhes;
- ❷ Baixas temperaturas;
- ❸ Altas taxas de deformação.

A presença de um entalhe em um componente mecânico cria regiões nas proximidades da ponta da trinca com estados triaxiais de tensões, o que restringe a deformação plástica, ou seja, tende a fragilizar o material. A diminuição da temperatura do ensaio ou o aumento da taxa de deformação tende a aumentar a resistência ao escoamento, provocando uma redução na tenacidade à fratura.

A tenacidade à fratura pode ser avaliada através de diversos parâmetros. Dentre os parâmetros mais comuns, para avaliação da tenacidade, destacam-se a medida de energia absorvida em um ensaio de impacto e a temperatura de transição. Mais recentemente, foram desenvolvidos os parâmetros ligados à mecânica da fratura, que apresentam uma base teórica bem mais consolidada e são realizados em corpos de prova com uma trinca aguda, com o raio

de ponta da trinca tendendo a zero. Esses ensaios são: tenacidade à fratura em deformação plana (K_{IC}), deslocamento de abertura da ponta da trinca crítico (CTOD_c, CTOD_m e CTOD_u) e o parâmetro crítico em termos da integral J (J_{IC}). São solicitados com carregamento monotônico e com uma taxa constante de aumento do fator de intensificação de tensão entre 0,55 e 2,75 MPa.m^{1/2}/s. A trinca aguda, que é obtida por fadiga na raiz de um entalhe usinado, garante, dentro de certos limites, a máxima severidade possível para o entalhe[106]. Os ensaios de tenacidade à fratura do tipo K_{IC} são mais indicados para materiais de elevada resistência mecânica, em situações onde a trinca se propaga de maneira instável, ou seja, quando ocorre fratura frágil do ponto de vista macroscópico. Já os ensaios CTOD e integral J_{IC} permitem estabelecer parâmetros de tenacidade à fratura em materiais de menor resistência mecânica, em condições elasto-plásticas de deformação, em situações onde ocorre propagação da trinca de maneira estável, antes da fratura final.

2.4.1 - Ensaio K_{IC} .

As principais normas técnicas que tratam dos ensaios K_{IC} são a ASTM E 399 - 1991 (*“Plane-strain fracture toughness of metallic materials”*) [107] e a BS 7448: PART 1 - 1991 (*“Fracture mechanics toughness tests”*) que normaliza conjuntamente as formas de obtenção do K_{IC} , J_{IC} e do CTOD [108]. A norma ASTM E399 prevê para a obtenção do K_{IC} diversos tipos de corpo de prova. Os corpos de prova mais utilizados são os do tipo SE(B) e o C(T), cuja geometrias e proporções estão esquematizadas na figura 2.7. Esses dois corpos de prova se diferenciam basicamente pelo tipo de solicitação que são submetidos. O cdp do tipo SE(B) é solicitado por flexão em três pontos, enquanto o corpo de prova do tipo C(T) é solicitado por tração como mostra o esquema da figura 2.8.

A preparação dos corpos de prova para a realização do ensaio K_{IC} se inicia com a obtenção da pré-trinca de fadiga. Os valores máximos de carregamentos por fadiga devem ser cuidadosamente especificados, uma vez que, se a solicitação for realizada utilizando-se cargas elevadas, poderá ser gerada uma zona plástica muito grande na ponta da trinca que certamente acarretará influência no resultado do ensaio, fazendo com que sejam obtidos valores incorretos. Desse modo, a pré-trinca por fadiga deve ser realizada controlando-se

o fator de intensificação de tensão K . A norma ASTM E399 recomenda que o valor máximo do fator de intensificação de tensão não deve ultrapassar 80% do valor estimado para o K_{IC} do material durante o período inicial de propagação da trinca.

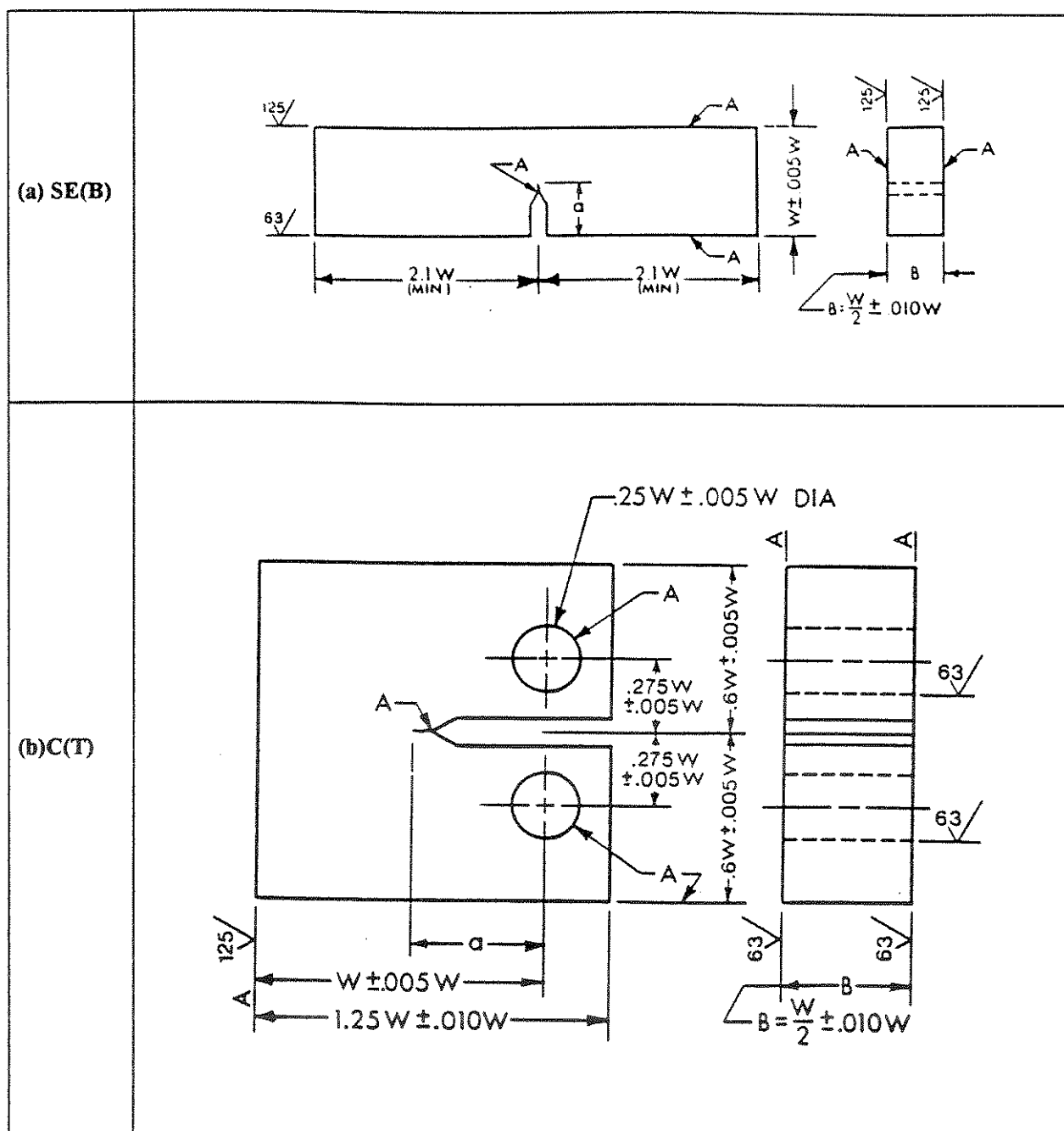


Figura 2.7 - Geometrias de corpos de prova recomendadas para ensaios de tenacidade à fratura segundo a norma ASTM E 399 - 1991. a) Corpo de prova do tipo SE(B), b) Corpo de prova do tipo C(T) [107].

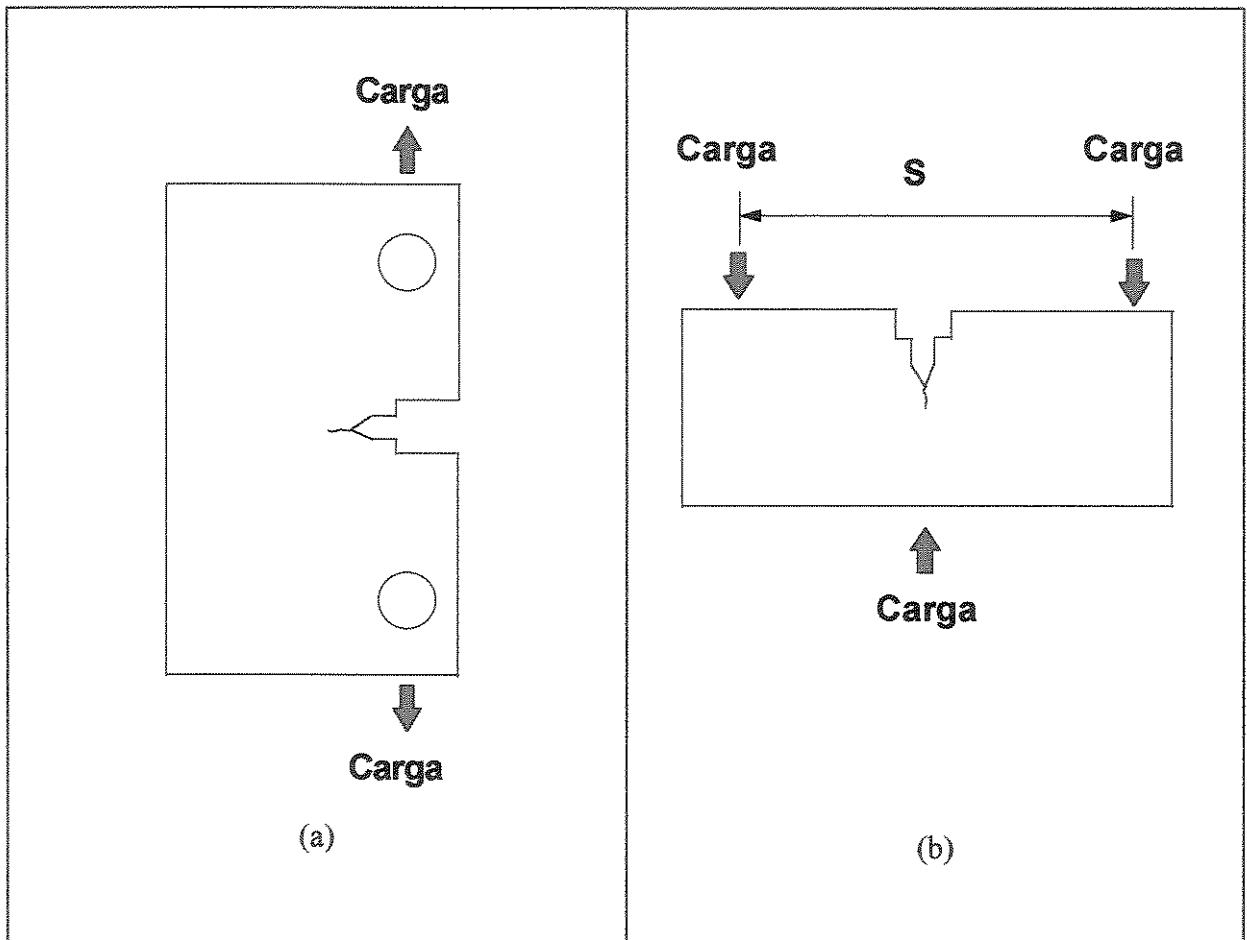


Figura 2.8 - Esquema representativo da forma de aplicação de carregamento para os corpos de provas de tenacidade à fratura dos tipos: (a) C(T); (b) SE(B).

Quando a trinca atingir 97,5% do seu comprimento final a máxima carga de fadiga deverá ser reduzida, de forma que o valor final de $K_{\max}$ não exceda 60% do valor estimado para o K_{IC} . O valor do carregamento mínimo pode ser selecionado em função da razão de carga, desde que esteja atendendo a seguinte relação [107]:

$$-1 \leq R = \frac{P_{\min}}{P_{\max}} = \frac{K(f)_{\min}}{K(f)_{\max}} < 0,1 \quad (2.2)$$

onde:

- R - Razão de carga;
 $P_{\min}$ - Carga mínima de fadiga;
 $P_{\max}$ - Carga máxima de fadiga;
 $K(f)_{\min}$ - Fator de intensidade de tensão mínimo;
 $K(f)_{\max}$ - Fator de intensidade de tensão máximo.

O comprimento total da trinca, medido após a realização do ensaio em três posições diferentes, deverá incluir o comprimento do entalhe mais a trinca por fadiga e deverá estar entre 0,45 a 0,55 da largura (W) do corpo de prova. Após a obtenção da pré-trinca por fadiga, o corpo de prova será submetido a um carregamento monotônico onde se obterá uma curva experimental da carga, em função do deslocamento de abertura da trinca. A figura 2.9 ilustra os tipos principais de curvas carga-deslocamento que normalmente são obtidas por este ensaio. A carga P_5 é obtida pela interseção da curva carga - deslocamento de abertura da ponta da trinca com uma reta com inclinação 5% menor em relação a parte linear inicial da curva obtida pelo ensaio.

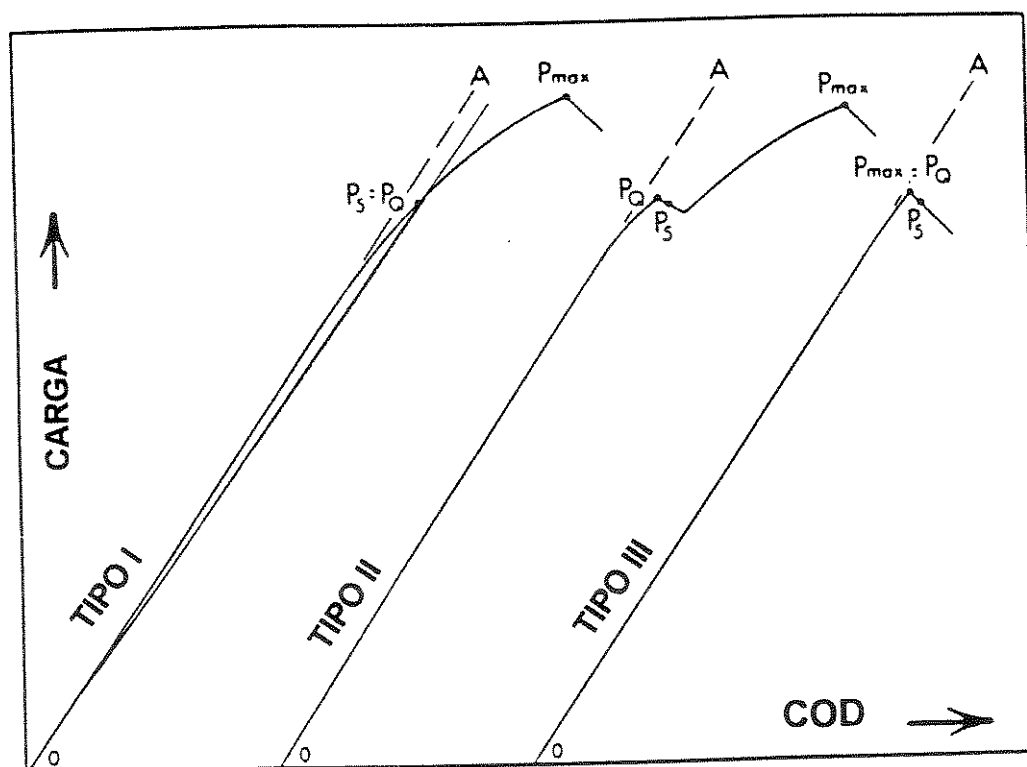


Figura 2.9 - Principais tipos de curvas carga - deslocamento de abertura da boca da trinca obtidas no ensaio K_{IC} [107].

Com a definição de P_5 é possível definir a carga P_Q que será utilizada para os cálculos de K_{IC} . A carga P_Q é definida em função do tipo de curva obtida. P_Q será igual a P_5 para as curvas do tipo I, será igual a P_{max} antes da ocorrência do primeiro “pop-in” para o caso das curvas do tipo II, e igual a P_{max} para curvas do tipo III. Uma vez definido o valor de P_Q , o valor de K_Q é calculado através das equações 2.6 a 2.9 apresentadas na tabela 2.2, de acordo com o tipo de corpo de prova utilizado.

O valor de K_Q será igual a K_{IC} se todos os requisitos da norma forem satisfeitos. A norma ASTM E399-1991 estabelece três requisitos básicos que devem estar em conformidade que se referem ao tamanho da pré-trinca, espessura do corpo de prova e entre a relação P_{max}/P_5 , que são:

$$\textcircled{1} \quad B \geq 2,5 \left(\frac{K_Q}{\sigma_e} \right)^2 \quad (2.3)$$

$$\textcircled{2} \quad a \geq 2,5 \left(\frac{K_Q}{\sigma_e} \right)^2 \quad (2.4)$$

$$\textcircled{3} \quad \frac{P_{max}}{P_5} < 1,1 \quad (2.5)$$

Se algum desses requisitos não for satisfeito o ensaio não é válido e um outro ensaio deverá ser realizado utilizando-se corpos de prova com maior espessura. Como K_{IC} é uma propriedade do material, a ASTM E399 recomenda um mínimo de três corpos de prova sendo que K_{IC} é a média aritmética dos valores obtidos em cada ensaio. O valor de K_{IC} assim determinado caracteriza a resistência à fratura do material ensaiado, na presença de uma trinca em condições severas de triaxialidades de tensões e com tamanho da zona plástica pequeno, quando comparado com as dimensões do espécime e comprimento da trinca. K_{IC} caracteriza o início do crescimento instável da trinca, baseado no critério de incremento de 2% no comprimento da trinca [106].

Tabela 2.2 - Equações utilizadas para o cálculo do fator de intensificação de tensão para os corpos de prova do tipo SE(B) e C(T) segundo anorma ASTM E399 [107].

SE(B)	$K_Q = \left(\frac{P_Q \cdot S}{B \cdot W^{3/2}} \right) f(a/W)$	(2.6)
	$f(a/W) = \frac{3(a/W)^{1/2} \{ 1,99 - (a/W)(1-a/W)[2,15 - 3,93a/W + 2,7 (a/W)^2] \}}{2(1+2a/W)(1-a/W)^{3/2}}$	(2.7)
C(T)	$K_Q = \left(\frac{P_Q}{B \cdot W^{1/2}} \right) f(a/W)$	(2.8)
	$f(a/W) = \frac{(2 + a/W) [0,866 + 4,64(a/W) - 13,32(a/W)^2 + 14,72(a/W)^3 + 5,6(a/W)^4]}{(1-a/W)^{3/2}}$	(2.9)

onde:

K_Q - Fator de intensificação de tensão

P_Q - Carga aplicada

S - Distância entre os pontos de aplicação da carga

B - Espessura do corpo de prova

a - Comprimento da trinca

W - Largura do corpo de prova

2.4.2 - Ensaio J_{IC} .

Semelhante ao K_{IC} , o ensaio J_{IC} caracteriza a resistência à fratura, porém, é utilizado em condições elasto-plásticas onde ocorre propagação estável da trinca antes da fratura final. O processo de fratura em materiais dúcteis é precedido de um crescimento lento e estável da trinca. Durante o ensaio J_{IC} a fratura se inicia a partir de uma trinca aguda obtida por fadiga,

que quando solicitada sofrerá, inicialmente, um processo de arredondamento e em seguida um crescimento estável da trinca. O valor de J que corresponde ao início de crescimento estável da trinca é chamado de J_{IC} [109].

Os corpos de prova utilizados para a determinação do J_{IC} podem ser do tipo SE(B) ou C(T), porém a norma ASTM E813 normaliza esses corpos de prova com algumas variações de geometrias em relação às amostras utilizadas para a obtenção do K_{IC} , como mostra a figura 2.10. A obtenção de J_{IC} é realizada através da obtenção experimental de uma curva de J em função do crescimento da trinca R [110].

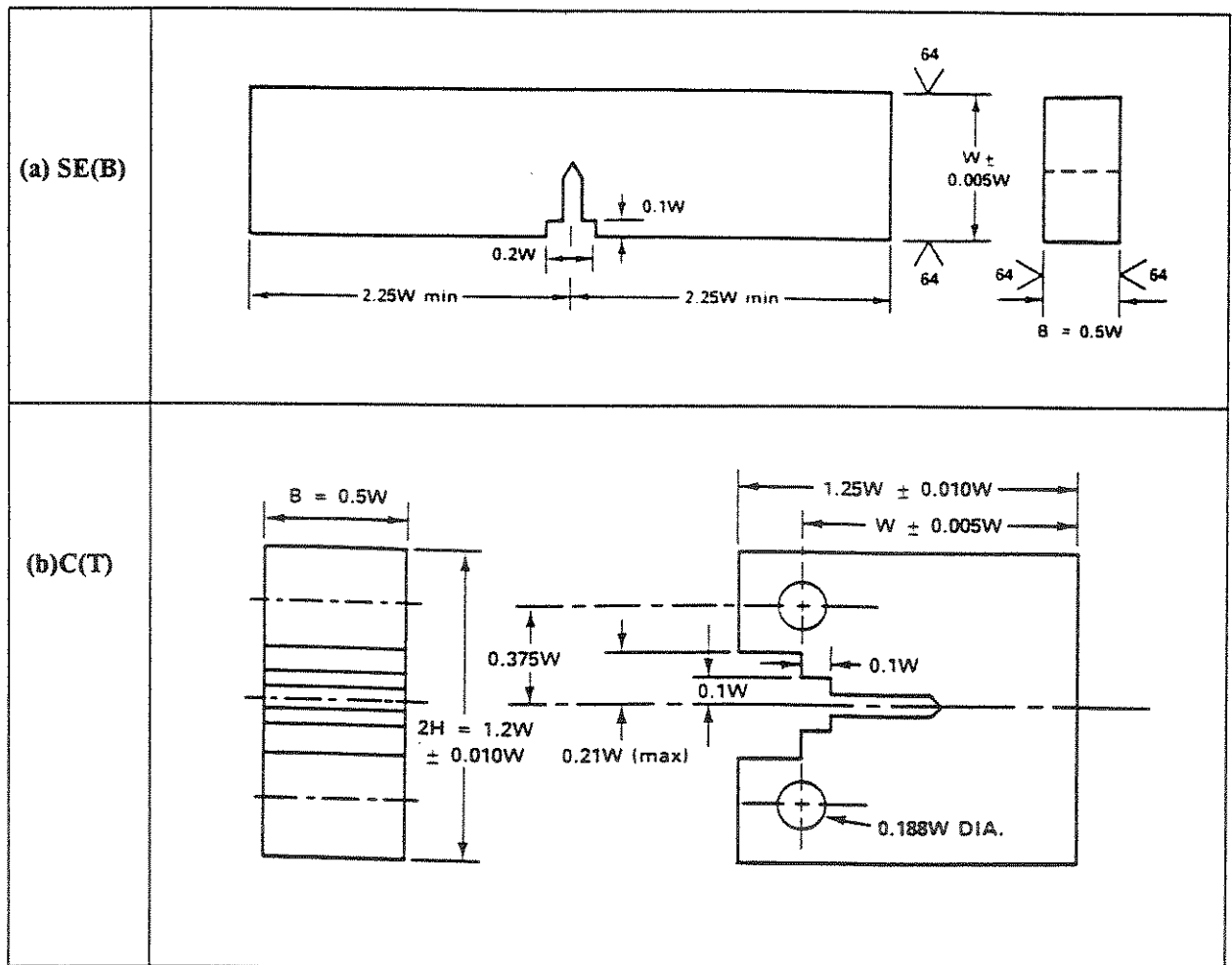


Figura 2.10 - Geometria de corpos de prova recomendadas para ensaios de tenacidade à fratura segundo a norma ASTM E 813 e ASTM E1290. a) Corpo de prova do tipo SE(B), b) Corpo de prova do tipo C(T) [110,111].

A ASTM E813 define duas técnicas básicas para a obtenção da curva J-R. Uma das técnicas é baseada em um único corpo de prova, onde os diversos pontos são calculados utilizando-se pequenos descarregamentos, da ordem de 10% da carga, que caracteriza uma parte da curva, cuja inclinação fornece uma medida instantânea do comprimento da trinca. Quando se utiliza a técnica dos múltiplos corpos de prova os ensaios são interrompidos de forma que se obtenha valores distintos de aumento do comprimento da trinca Δa_i , e a curva J-R é construída ponto a ponto onde cada par $(J_i, \Delta a_i)$ corresponde a um ensaio. A figura 2.11 mostra uma curva de J-R onde cada valor de J_i , que representa a somatória de uma componente elástica e outra plástica de J, é calculado pelas equações 2.10 a 2.13 apresentadas na tabela 2.3 quando se utiliza o corpo de prova do tipo C(T).

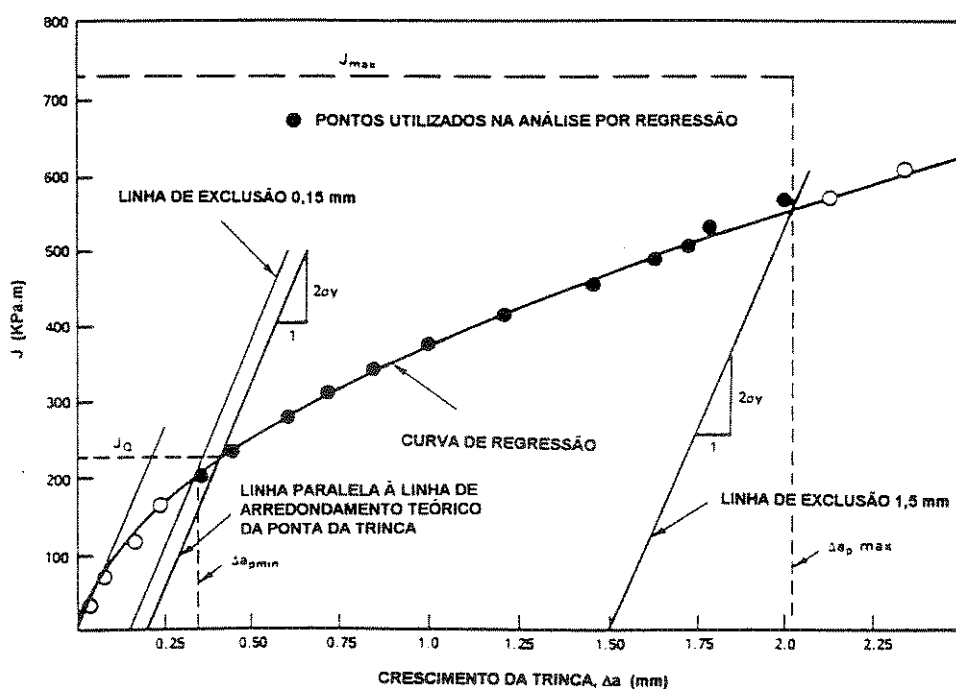


Figura 2.11 - Curva J-R obtida pelo ensaio J_{IC} [110].

Tabela 2.3 - Equações utilizadas para o calculo de $J(i)$ quando utiliza-se a técnica dos múltiplos corpos de prova para amostras do tipo C(T) [110].

$J_i = \frac{K_i^2(1-\nu^2)}{E} + \frac{\eta A_{plast(i)}}{B_n \cdot b_0}$	(2.10)
$K_i = \left(\frac{P_i}{(B \cdot B_n W)^{1/2}} \right) f(a/W)$	(2.11)
$\eta = 2 + 0,522 \cdot b_0/W$	(2.12)
$f(a/W) = \frac{(2 + a_0/W) [0,886 + 4,64(a_0/W) - 13,32 (a_0/W)^2 + 14,72(a_0/W)^3 + 5,6 (a_0/W)^4]}{(1-a_0/W)^{3/2}}$	(2.13)

onde:

- J_i Valor de J para uma trinca de tamanho a_i ;
 K_i Fator de intensificação de tensão;
 ν Coeficiente de Poisson;
 η Fator de rotação do corpo de prova C(T);
 E Módulo de Young;
 $A_{plast(i)}$ Área abaixo da curva carga-deflexão no instante da interrupção do ensaio, para um tamanho de trinca a_i , quando utiliza-se a técnica dos múltiplos corpos de prova como mostra a figura 2.12;
 B_n Espessura líquida do corpo de prova ($B_n = B$ no caso de não haver entalhes laterais);
 B Espessura do corpo de prova;
 b_0 Ligamento original não trincado;
 P_i Carga de interrupção do ensaio para a técnica dos múltiplos corpos de prova;
 a_0 Comprimento inicial da trinca;
 W Largura do corpo de prova.

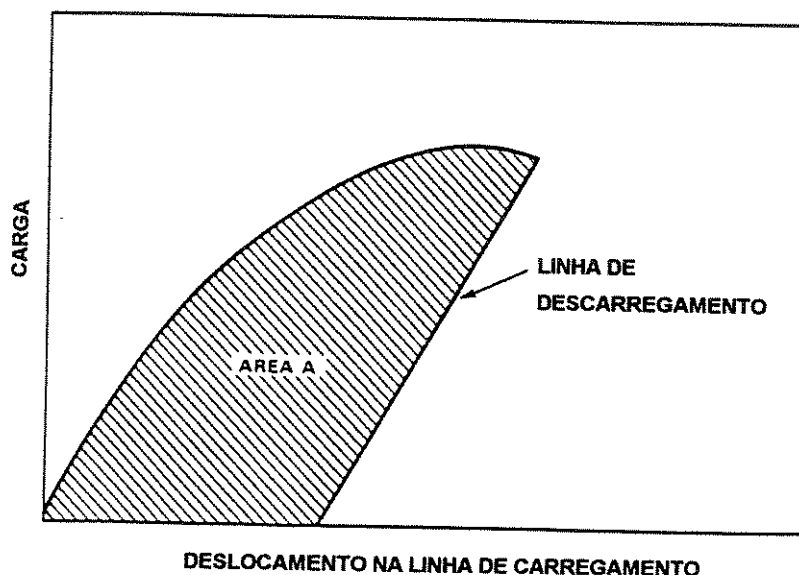


Figura 2.12 - Definição da área $A_{\text{plast}(i)}$ para o cálculo de J .

Uma vez construída a curva J-R, no mesmo gráfico é traçada uma reta de arredondamento teórico da ponta da trinca (*"Blunting line"*) calculada segunda a equação (2.14), onde σ_y é a resistência efetiva do material, calculada como a média entre o limite de escoamento σ_e e o limite de resistência a tração σ_t , que permite que seja considerado o efeito do encruamento do material [105].

$$J = 2 \sigma_y \Delta a \quad (2.14)$$

O valor de J_{IC} será determinado através da interseção da curva J-R com uma reta paralela à reta de arredondamento teórico da ponta da trinca partindo de um valor correspondente a um comprimento de propagação da trinca de 0,2 mm como mostra o esquema da figura 2.13

A norma ASTM E 813, define ainda algumas condições para a validade do ensaio. Todos os pontos que não estejam entre Δa_p (min) e Δa_p (max) como mostra a figura 2.14

devem ser desconsiderados. Os pontos obtidos para a construção da curva J-R devem ainda ter uma determinada distribuição. Dentre os pontos que estiverem enquadrados entre Δa_p (min) e Δa_p (max) é necessário que a região A e a região B da figura 2.15, tenham pelo menos um ponto cada uma. Os pares restantes (J_i , Δa_i) podem estar distribuídos aleatoriamente, desde que estejam entre as duas linhas de exclusão. Outra condição de validade para o ensaio é quanto a espessura do corpo de prova que deverá satisfazer a equação (2.15).

$$B > 25 J_{IC} / \sigma_y \quad (2.15)$$

onde:

- B - Espessura do corpo de prova;
- σ_y - Resistência efetiva do material, calculada como a média entre o limite de escoamento σ_e e o limite de resistência a tração σ_t .

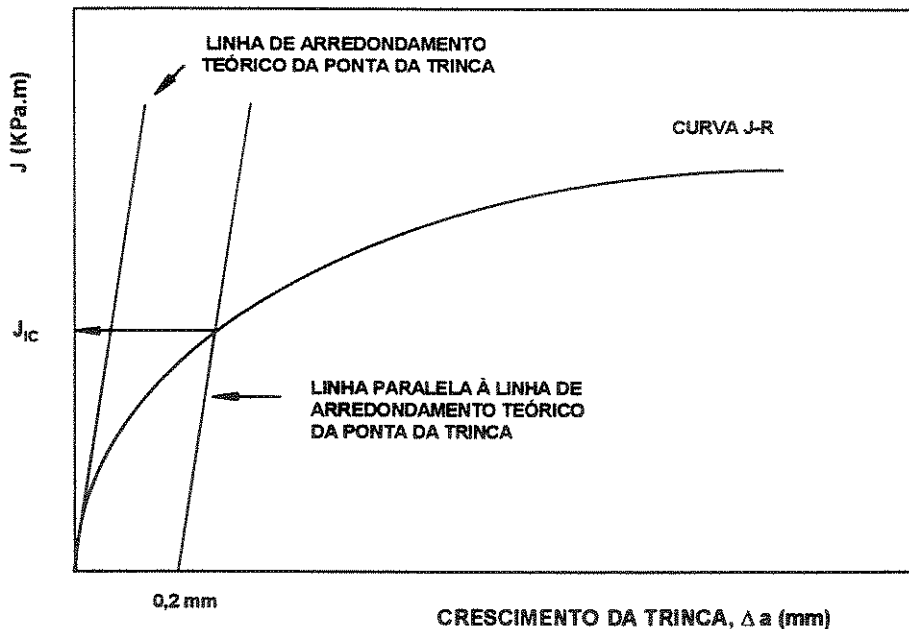


Figura 2.13 - Esquema de obtenção gráfica do valor J_{IC} a partir da curva J - R.

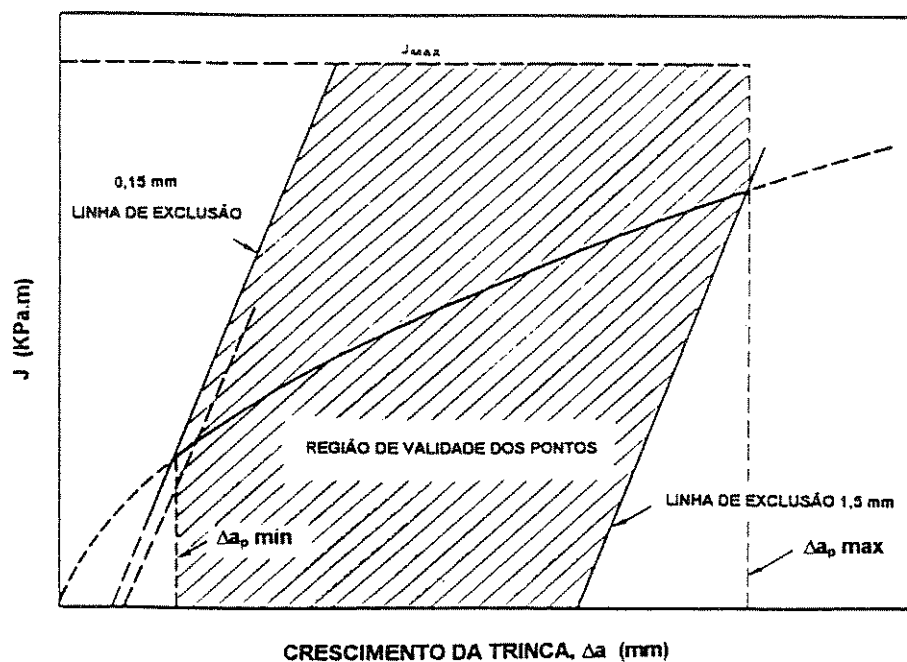


Figura 2.14 - Definição da região de validade dos pontos para a determinação de J_{IC} .

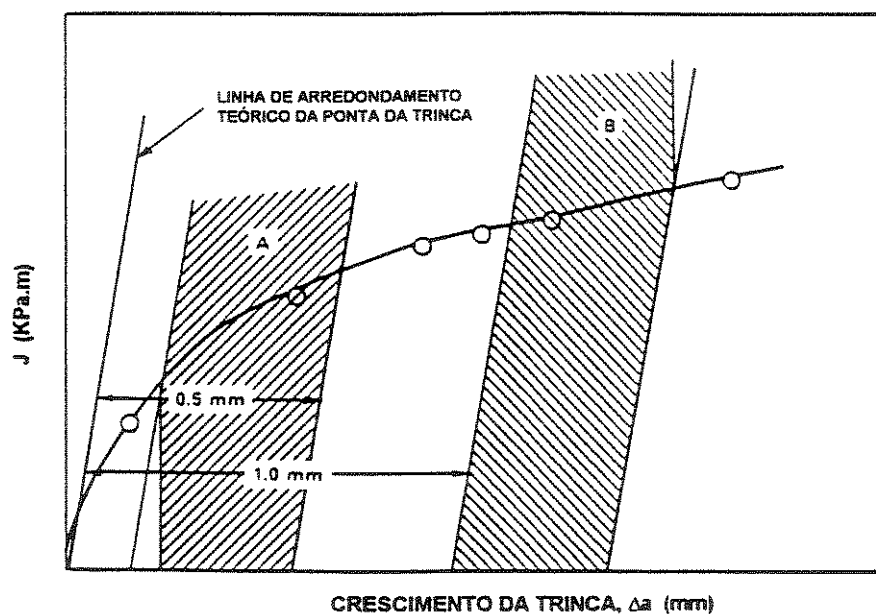


Figura 2.15 - Definição das regiões de distribuição dos pontos para a determinação de J_{IC} .

2.4.3 - Ensaio CTOD

A maior parte dos aços de médio e baixo carbono que são utilizados em aplicações estruturais, normalmente são utilizados em espessuras que não são suficientes para manter as condições de deformação-plana nas temperaturas usuais de trabalho. Desse modo, em um número bastante grande de aplicações, os conceitos da mecânica da fratura linear elástica, não podem ser aplicados, devido ao comportamento elasto-plástico desses materiais. Em 1961, WEELS [112] propôs que o comportamento a fratura nas vizinhanças de uma trinca aguda, poderia ser caracterizado pelo deslocamento de abertura entre os planos da trinca - “crack- tip opening displacement” (CTOD). Mais recentemente, WEELS demonstrou que o conceito da abertura da ponta da trinca era análogo ao conceito descrito por IRWIN [113] em 1968, apresentado pela equação 2.16, que relaciona a tenacidade à fratura em deformação plana, K_{IC} , com o valor do CTOD - (δ).

$$\delta = \frac{K_I}{E\sigma_{ys}} = \frac{G}{\sigma_{ys}} \quad (2.16)$$

onde:

- K_I - Fator de intensificação de tensão;
- E - Módulo de elasticidade;
- σ_{ys} - Limite de escoamento;
- G - Taxa de dissipação de energia de deformação elástica.

Devido a possibilidade das medidas do CTOD serem realizadas, mesmo quando houver deformação plástica na frente da trinca, esta técnica também pode ser utilizada na determinação de comprimentos críticos de trincas e de tensões de projeto de maneiras similares àquelas propostas pela mecânica da fratura linear elástica.

O parâmetro de tenacidade CTOD, é baseado na medida da abertura da ponta da trinca, e é obtido a partir da medida V_p realizada por um “clip-gage” devidamente instalado na abertura do entalhe do corpo de prova. A conversão da medida V_p obtida pelo “clip-gage”

para o valor do CTOD é realizada através da determinação de um centro de rotação do corpo de prova situado abaixo da trinca, ilustrado pela figura 2.16. Esse centro de rotação é gerado pelo carregamento aplicado à amostra, que provoca uma deformação em torno de um ponto denominado como centro aparente de rotação [114]. Através da análise da figura 2.16, pode-se verificar que o valor do CTOD (δ) pode ser facilmente determinado por semelhança de triângulos e calculado, a partir do deslocamento de abertura da boca da trinca V_p , pela equação 2.17.

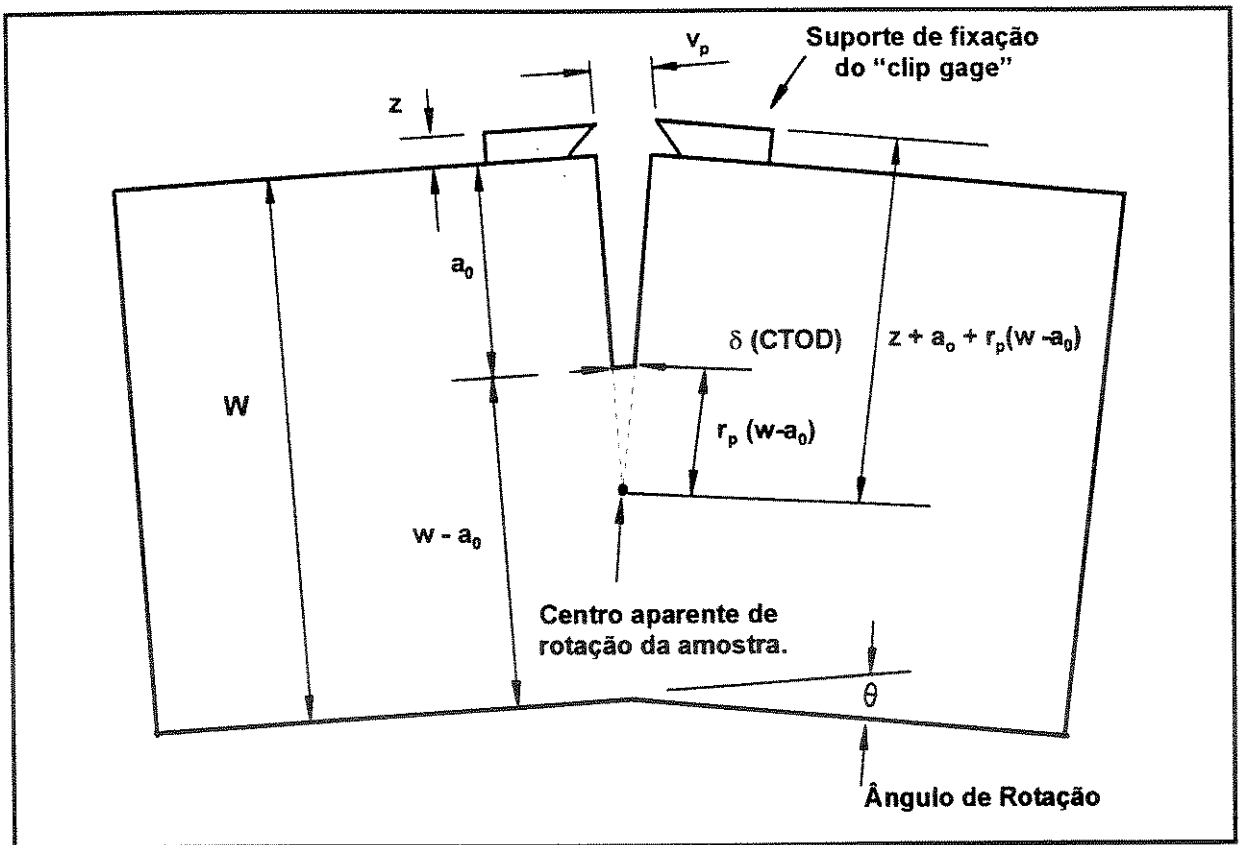


Figura 2.16 - Representação esquemática da abertura da trinca durante um ensaio de flexão em um corpo de prova do tipo SE(B) [114].

$$\frac{\delta}{V_p} = \frac{r_p (W-a_0)}{r_p (W-a_0) + a_0 + z} \quad (2.17)$$

Onde:

δ - Deslocamento de abertura da ponta da trinca;

- r_p - Fator de rotação plástica;
- W - Largura do corpo de prova;
- a_0 - Comprimento da trinca;
- V_p - Deslocamento de abertura da boca da trinca;
- z - Distância do ponto de medição do extensômetro em relação à face do corpo de prova.

Entre os ensaios utilizados para avaliar a tenacidade à fratura dos materiais, o ensaio CTOD é o que apresenta a maior simplicidade de execução. A principal vantagem da utilização do ensaio CTOD é devida à possibilidade da sua aplicação tanto em materiais de elevada resistência mecânica, onde predominam os conceitos da mecânica da fratura linear-elástica, quanto em materiais dúcteis onde se tem condições elasto-plásticas. Essas características permitem a utilização desse ensaio para a avaliação de materiais que são muito dúcteis ou apresentam espessura reduzida para ser ensaiado pelo método K_{IC} , ou ainda, para materiais que apresentam propensão a crescimento instável da trinca com ocorrência de “pop in” que poderia invalidar os ensaios realizados de acordo com a norma E 813 para a obtenção do J_{IC} [111]. É um ensaio que apresenta-se de forma bastante abrangente, uma vez que pode ser validado mesmo em condições onde se tenha, ou não, propagação estável da trinca antes da fratura final. Desse modo, o ensaio CTOD pode ser bastante indicado em pesquisa e desenvolvimento de novas microestruturas, onde não se tenha resultados prévios do comportamento de fratura dos materiais.

Os corpos de prova recomendados para a obtenção do CTOD, segundo a norma ASTM E 1290, são os mesmos utilizados para a obtenção do J_{IC} , cujas configurações e geometrias estão esquematizadas na figura 2.10 do item 2.4.2. O ensaio do tipo CTOD não faz restrições à espessura do corpo de prova a ser ensaiado, podendo ser igual à espessura do material de interesse; no entanto, os valores de CTOD calculados para o mesmo material, podem ser influenciados pelas dimensões ou pelo tipo de amostra utilizada. Os valores determinados para corpos de prova do tipo C(T) podem ser diferentes daqueles determinados para amostras do tipo SE(B), ou ainda, podem sofrer variações decorrentes das espessuras dos corpos de prova.

O tamanho da trinca recomendado para a execução do ensaio deve estar na faixa de $0,45W \leq a_0 \leq 0,55W$ e os carregamentos utilizados para a obtenção da pré-trinca não devem

ser maiores que a carga $P_{(max)}$ calculada de acordo com a equação 2.18 para corpos de prova do tipo SE(B) e a equação 2.19 para corpos de prova do tipo C(T), onde B é a espessura do corpo de prova, b_0 é o ligamento não trincado ($w-a_0$), σ_y é a média aritmética entre o limite de escoamento ($\sigma_{e 0.2}$) e o limite de resistência à tração (σ_t), S a distância entre o dispositivo de aplicação da carga para o corpo de prova de flexão em três pontos e W a largura do corpo de prova.

$$SE(B) - P_{(max)} = 0,5 \cdot (B \cdot b_0^2 \cdot \sigma_y / S) \quad (2.18)$$

$$C(T) - P_{(max)} = 0,4 \cdot B \cdot b_0^2 \cdot \sigma_y / (2W + a_0) \quad (2.19)$$

A norma ASTM E1290 define três parâmetros de tenacidade à fratura que caracterizam a resistência do material ao surgimento e crescimento posterior de uma trinca em uma determinada temperatura. Os parâmetros normalizados que representam a somatória de uma componente plástica e outra elástica do deslocamento são:

❶ δ_c - Determina o início da propagação instável da trinca quando não há ocorrência de propagação estável, antes da máxima carga ou antes do primeiro “pop in”. Definido quando a propagação da trinca é menor que 0,2 mm;

❷ δ_u - Determina o início da propagação instável da trinca quando há ocorrência de propagação estável, antes da máxima carga ou antes do primeiro “pop in”. Definido quando a propagação da trinca é maior que 0,2 mm;

❸ δ_m - Parâmetro que caracteriza o valor da abertura da ponta trinca, quando o ensaio atinge o início da máxima carga. Aplicado em situações onde se tem a presença de alta deformação plástica.

O parâmetro de tenacidade à fratura (δ_c , δ_u ou δ_m) a ser selecionado vai depender, então, do comportamento do material, que apresentará, em função das suas características um determinado tipo de curva carga-deslocamento. A figura 2.17 mostra os cinco tipos de curvas típicas obtidas pelo ensaio CTOD e os pontos P_c , P_u e P_m utilizados para a obtenção do δ_c , δ_u e δ_m , respectivamente.

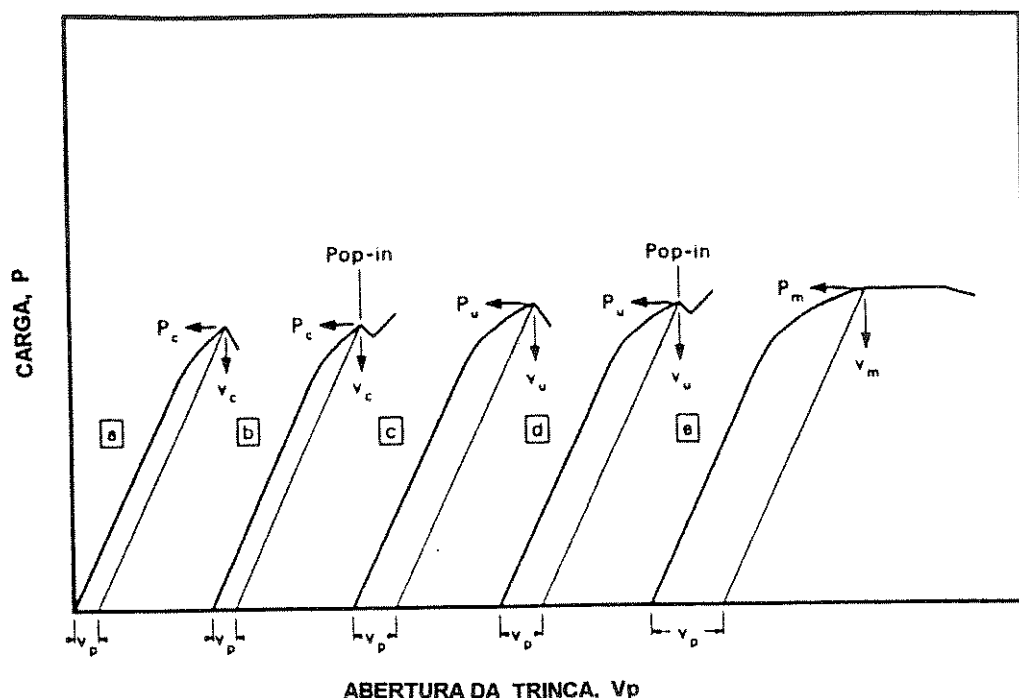


Figura 2.17 - Curvas características obtidas no ensaio CTOD, mostrando a definição dos pontos (P_c, V_c), (P_u, V_u), (P_m, V_m) que serão utilizados nos cálculos do δ_c , δ_u ou δ_m .

O valor da medida V_p de abertura da boca da trinca que será utilizado no cálculo do CTOD é obtido através da construção de uma reta paralela à parte inicial da curva carga-deslocamento, passando por um dos pontos P_c , P_u ou P_m , dependendo do comportamento do material ensaiado. Uma vez definido um dos pares (P_c, V_c), (P_u, V_u) ou (P_m, V_m) o valor do CTOD é calculado através das equações 2.20 a 2.23 relacionadas na tabela 2.4.

Um dos cuidados que deve-se ter, durante a análise de dados para a realização do ensaio CTOD, está associado com a ocorrência do “pop-in”. A ASTM E1290 estabelece um critério que define quando uma instabilidade na curva carga-deslocamento deve ser ou não considerada como “pop-in”. A definição de um critério para a consideração do “pop-in” é bastante importante, uma vez que uma pequena instabilidade na curva, talvez associada até mesmo à sensibilidade do registrador gráfico da máquina de ensaio, pode gerar dúvidas durante a análise dos dados, colocando em risco a interpretação dos resultados. Esse critério é baseado na construção gráfica de quatro linhas: OA, BC, CF e BD, na curva experimental carga-deslocamento como mostra a figura 2.18. A linha OA é uma linha tangente a curva

carga-deslocamento a partir da origem; a linha BC é paralela a OA; a linha BD é paralela ao eixo do carregamento e a linha CF é traçada a partir de C passando pelo ponto E. O ponto E é marcado sobre a reta BD em uma distância 5% abaixo do ponto B. Quando o ponto G estiver dentro do ângulo BCF, o “pop-in” deverá ser ignorado.

Tabela 2.4 - Equações utilizadas para o cálculo do CTOD utilizando-se corpos de prova do tipo SE(B) e do tipo C(T) [111].

$\delta = \frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} + \frac{r_p(W-a_0).V_p}{r_p(W-a_0) + a_0 + z}$		(2.20)
$K = \frac{Y.P}{B.W^{1/2}}$		(2.21)
SE(B) (S = 4W)	$Y = \frac{6(a_0/W)^{1/2} \{[1,99 - (a_0/W)(1-a_0/W)].[2,15-3,93a_0/W + 2,7(a_0/W)^2]\}}{(1+2a_0/W)(1-a_0/W)^{3/2}}$	(2.22)
C(T)	$Y = \frac{(2 + a_0/W) [0,866+4,66(a_0/W)-13,32(a_0/W)^2+14,72(a_0/W)^3+5,6(a_0/W)^4]}{(1-a_0/W)^{3/2}}$	(2.23)

onde:

P - Carga correspondente a P_c , P_u ou P_m definidas pela a figura 2.17;

K - Fator de intensificação de tensão;

ν - Coeficiente de Poisson;

σ_{ys} - Limite de escoamento na temperatura de interesse;

E - Módulo de Young;

W - Largura do corpo de prova;

a_0 - Comprimento da trinca;

V_p - Medida de abertura da boca da trinca correspondendo ao valor de V_c , V_u ou V_m .

z - Distância do ponto de medição do extensômetro em relação à face do corpo de prova;

B - Espessura do corpo de prova;

r_p - Fator de rotação plástica: - $r_p = 0,44$ para cdp do tipo C(T);

- $r_p = 0,47$ quando $0,45 \leq a_0 \leq 0,50$ ou

- $r_p = 0,46$ quando $0,50 < a_0 \leq 0,55$ para cdp do tipo SE(B).

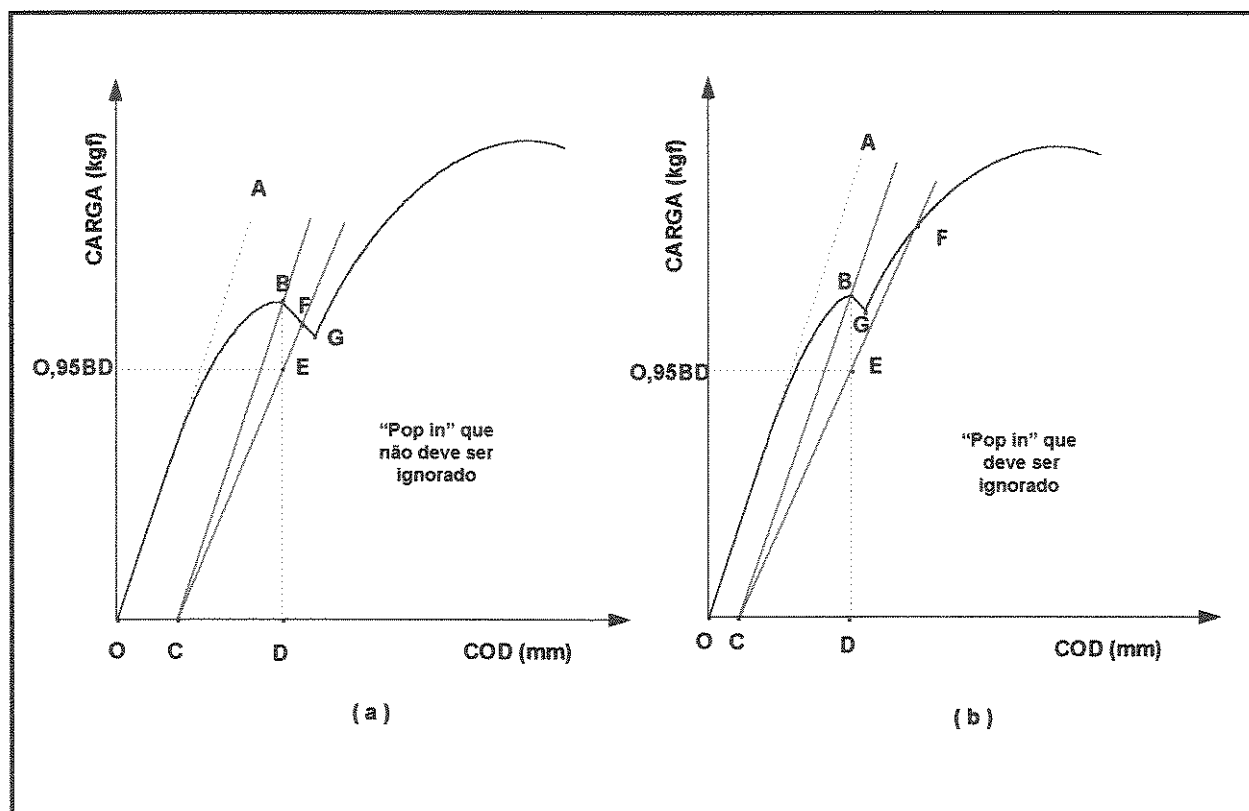


Figura 2.18 - Critério proposto pela ASTM E1290 que define a significância da instabilidade na curva carga-deslocamento para a ocorrência do “pop-in”. (a) “Pop-in” que não deve ser ignorado. (b) “Pop-in” ignorado segundo o critério proposto pela norma [111].

A ASTM define ainda alguns critérios para a validade do ensaio. No caso do δ_c e do δ_u , os valores do CTOD devem ser iguais ou inferiores à capacidade de medida da amostra que corresponde ao valor obtido para o δ_m . Quanto ao tamanho da trinca obtida por fadiga, não deverá ser inferior a $0,025W$ ou $1,3 \text{ mm}$ e a diferença entre as nove medidas realizadas para o comprimento da trinca não deve ser maior que $0,10.a_0$.

2.5 - Micromecanismos de fratura

A fratura pode ser definida como uma separação completa, ou uma fragmentação de um sólido em duas ou mais partes, devido a aplicação de tensões. A trinca pode ser considerada como uma falha parcial que pode induzir a uma falha por fratura. Em termos

macroscópicos, normalmente a fratura pode ser dividida em frágil, dúctil ou mista. Geralmente a fratura dúctil apresenta superfície opaca acinzentada com evidências de deformação plástica intensa [115]. A fratura frágil geralmente é plana, lisa, apresentando pouca evidência de deformação plástica [116]. Em termos microscópicos a fratura ou separação das partes pode acontecer basicamente por quatro micromecanismos: clivagem, quase-clivagem, alveolar (“dimples”) e intergranular.

2.5.1 - Clivagem

A fratura por clivagem pode ser definida como a separação de um cristal ao longo de uma determinada orientação, cujo processo de separação formam novas superfícies a partir de planos preferenciais da estrutura cristalina [117]. A fratura por clivagem, na verdade, é uma separação de planos cristalográficos e normalmente está associada a baixa energia de fratura. No entanto, esse micromecanismo de fratura não deve ser relacionado à fratura frágil. Segundo HERTZBERG [118], devido ao comportamento de aços ferríticos de baixa resistência mecânica, que quando fraturados em baixas temperaturas apresentam comportamento frágil e fraturam por clivagem, os termos “fratura frágil” e “clivagem” tem sido utilizados como sinônimos na literatura sobre fratura. Essa associação é inadequada uma vez que a fratura frágil é definida quando o processo de ruptura estiver associado a baixos níveis de absorção de energia ou limitada plasticidade do material na ponta da trinca, enquanto a clivagem descreve um micromecanismo de falha. Um exemplo do quanto a associação da fratura frágil com a clivagem é inadequada, é demonstrado na fratura de ligas de alumínio de alta resistência que apresenta comportamento tipicamente frágil, sem que haja indícios da ocorrência da fratura por clivagem. Outro exemplo que demonstra a diferença entre esses dois termos, é o caso das ligas de tungstênio-rênio que, apesar de apresentarem 4% de alongamento com moderada absorção de energia durante a ruptura, fraturam por clivagem. Uma vez que não existe uma correlação direta entre um determinado micromecanismo de fratura e a quantidade de energia absorvida durante a fratura, esses dois termos devem ser tratados separadamente [118].

Um dos aspectos interessantes da fratura por clivagem é que a sua ocorrência se verifica por separação direta ao longo de planos cristalográficos específicos, que são conhecidos como planos de clivagem ou planos preferenciais de clivagem [119]. Esse mecanismo é observado em materiais com estrutura cristalina CCC, HCP e em cristais iônicos e covalentes. A ocorrência da fratura por clivagem em materiais com estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC) só é verificada em condições bastantes específicas, quando o material é submetido a altas velocidade de deformação e temperaturas extremamente baixas [118]. Em aços, a clivagem ocorre através do plano (100) da célula unitária CCC. Isso faz com que a separação das partes por clivagem mostre uma superfície plana ao longo dos grãos. Como os grãos vizinhos têm orientações diferentes, a trinca por clivagem muda de orientação no contorno de grão e continua sua propagação nos planos de clivagem preferenciais [120]. A fratura por clivagem tem aparência lisa e plana, porém, pode apresentar irregularidades na sua superfície denominadas como padrões de rios e línguas de clivagem [115]. Segundo BROEK [121] os padrões de rio surgem devido à movimentação de discordâncias em hélice, e as línguas de clivagem são formações que ocorrem localizadamente pela fratura ao longo de uma interface macla-matriz.

Diversos pesquisadores [122-124] têm verificado que o processo de clivagem envolve estágios de nucleação e propagação e é controlado por tensão, ou seja, a clivagem ocorrerá quando a tensão exceder um valor crítico σ_F . Em alguns sistemas metálicos a clivagem é instável porque seu início é mais difícil que sua propagação e, conseqüentemente, uma vez iniciada, a frente da trinca avança com velocidades de propagação extremamente elevadas até que sejam atingidas condições que impeçam o seu prosseguimento [116,119].

2.5.2 - Quase-Clivagem

A quase-clivagem pode, como no caso da clivagem, ser definida pela separação de planos cristalográficos; porém, as facetas de quase-clivagem, segundo BATES [122], não são planos verdadeiros de clivagem. Esse micromecanismo de fratura é normalmente verificado em aços temperados e revenidos, com microestrutura de martensita revenida, onde as facetas

de quase-clivagem são nucleadas a partir de carbonetos e se caracterizam por uma certa indefinição dos planos de clivagem [125].

A fratura por quase-clivagem apresenta facetas; no entanto, pode-se ter ao seu redor a presença de “dimples”, como mostra a figura 2.19. Nas análises realizadas por PARK [126] em um aço eutetóide perlítico, verificou-se diversas facetas de quase-clivagem na superfície de fratura de corpos de prova ensaiados por tração, onde foram detectados indícios que o ponto de nucleação dessas facetas foram regiões com a presença de “dimples”.

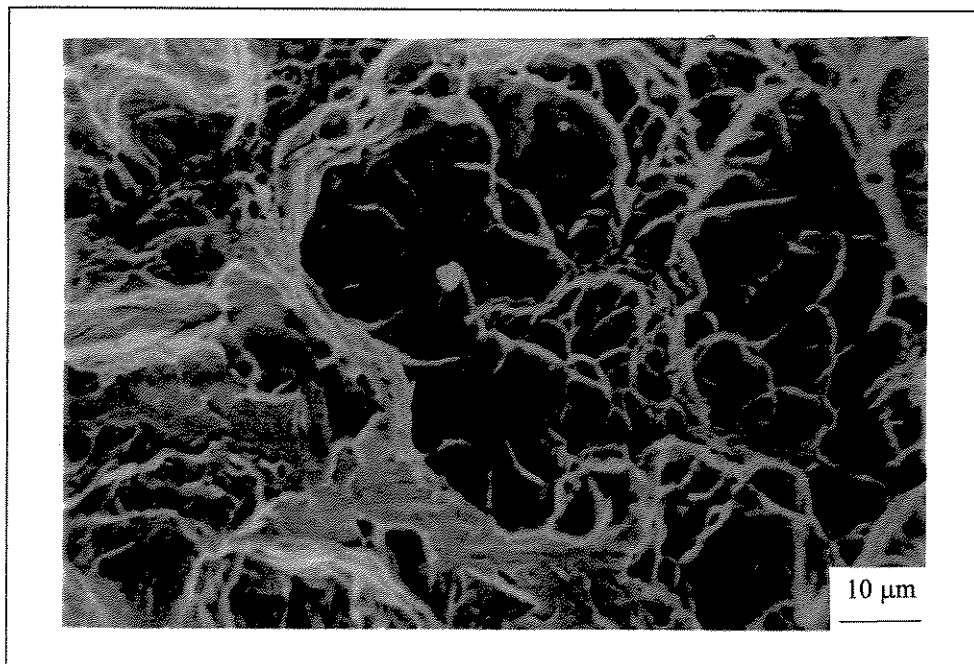


Figura 2.19 - Fractografia em um aço baixo carbono microligado ao Nb-Ti com microestrutura ferrítico-martensítica apresentando regiões com aspecto alveolar e regiões onde tem-se a presença de facetas de quase-clivagem . Microscopia eletrônica de varredura [84].

2.5.3 - Fratura alveolar

O micromecanismo de fratura alveolar é um modo de fratura associado à presença de deformação plástica do ponto de vista microscópico e se caracteriza pela presença de alvéolos (“dimples”) sobre a superfície de fratura. Sabe-se que os “dimples” são microcavidades

formadas a partir de inclusões ou partículas de segunda fase, e na sua formação estão envolvidos processos de nucleação, crescimento e coalescimento de vazios nessas partículas, que levam o material à ruptura.

O modo de ruptura por “dimples” é bastante comum em diversos materiais de uso em engenharia que são, na sua maioria, ligas contendo grande quantidade de partículas como carbonetos, nitretos, carbonitretos e inclusões não metálicas que interferem no processo de fratura [120]. Durante a sollicitação, o material fica sujeito a presença de elevadas tensões internas de cisalhamento, que provocam a indução de microporosidades, que passam a atuar como concentradores de tensões [115]. O critério para a nucleação de vazios é bastante complexo e depende de diversos fatores como tamanho das inclusões, modo de deformação, nível de tensão e pureza do material [118]. Normalmente, a nucleação de microcavidades irá ocorrer pela separação entre as partículas de segunda fase e a matriz, ou pela fratura da própria partícula [127]. Com o aumento do fluxo plástico, ocorre o aumento das dimensões das microcavidades, formando os alvéolos ou “dimples”.

Através da análise das superfícies de fratura de diversos materiais, é bastante comum verificarmos a presença de “dimples” de diversos tamanhos que são formados de acordo com os espaços entre os vazios adjacentes e de acordo com os tipos e dimensões das inclusões. Para um determinado material que apresenta mais de um tipo de inclusões, distribuídas de forma aleatória, normalmente serão encontrados vazios com tamanhos diferentes na superfície de fratura como mostra a figura 2.20 [118].

É importante também, deixar bem estabelecido que o processo de nucleação, crescimento e coalescimento de vazios, do ponto de vista microscópico, envolve deformação plástica intensa. No entanto, do mesmo modo que foi discutido na clivagem, o micromecanismo de fratura alveolar, não deve estar relacionado à fratura dúctil uma vez que diversos materiais que apresentam modo de fratura frágil do ponto de vista macroscópico, como algumas ligas de alumínio e a maioria dos materiais de alta resistência, apresentam micromecanismo de fratura alveolar como mostra o exemplo a figura 2.21.

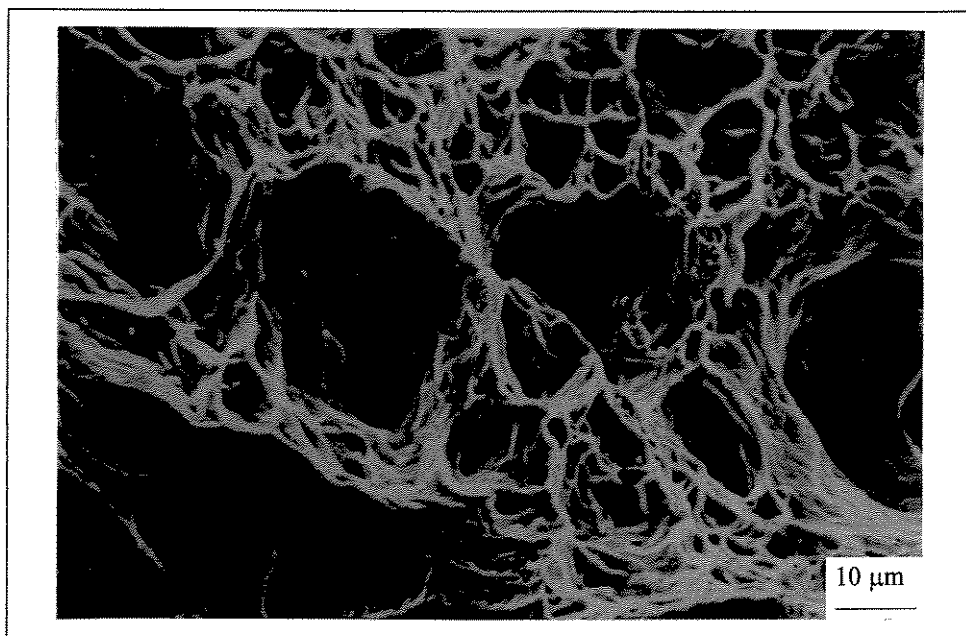


Figura 2.20 - Fractografia em um aço baixo carbono microligado ao Nb-Ti com microestrutura ferrítico-perlítica apresentando regiões com diversos tamanhos de alveolos. Microscopia eletrônica de varredura [84].

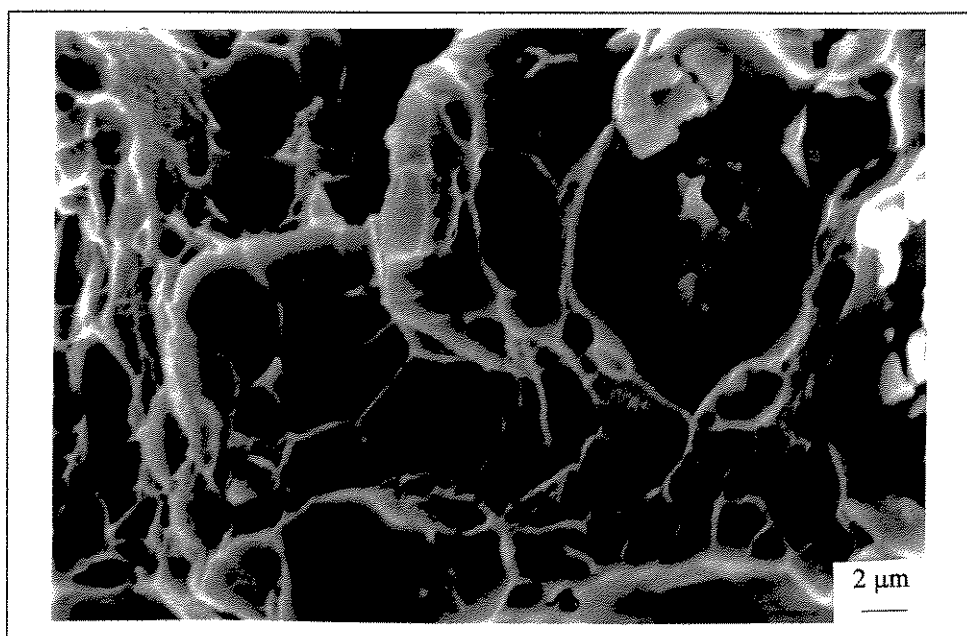


Figura 2.21 - Fractografia em uma liga de alumínio 7475 de alta resistência mecânica que apesar de apresentar micromecanismo de fratura alveolar “dimples”, do ponto de vista macroscópico o modo de fratura é considerado frágil, uma vez que estão envolvidos baixos índices de energia durante a ruptura; Microscopia eletrônica de varredura. (Cortesia - Prof. Dr. Luiz Rogério de Oliveira Hein - FEG-UNESP - Guaratinguetá).

2.5.4 - Fratura intergranular

A fratura intergranular é um modo de ruptura associada a uma decoesão entre os grãos de uma estrutura cristalina. Esse modo de fratura pode ter como origem diversos processos. Entre os mais comuns destacam-se [118, 119,128,129]:

- ❶ Nucleação e coalescência de microvazios em inclusões ou partículas de segunda fase ao longo dos contornos de grão;
- ❷ Nucleação de trincas e microvazios associados à exposição do material em altas temperaturas e elevadas tensões;
- ❸ Decoesão entre os grãos devido à segregação de impurezas nos contornos de grãos associadas a atmosferas agressivas como hidrogênio gasoso, metais líquidos ou metais com baixo ponto de fusão como chumbo, estanho ou cádmio;
- ❹ Corrosão sob tensão associada a ataque químico do material ao longo dos contornos de grão.

A superfície de um material que sofreu fratura intergranular apresenta uma morfologia bastante particular, mostrando um aspecto tri-dimensional dos grãos que compõe a liga. A fratura intergranular normalmente está associada à baixos níveis de energia, porém em alguns casos, podem ser verificados sinais de deformação plástica nos contornos dos grãos fazendo com que não seja conveniente a associação desse micromecanismo com a fratura frágil [115].

Capítulo 3

Materiais e Métodos

3.1 - Material

O material utilizado neste trabalho foi um aço microligados ao nióbio-titânio (Nb-Ti) fornecido pela Companhia Siderúrgica Paulista. Esse aço foi produzido segundo a norma API (American Petroleum Institute) [130] e é utilizado, basicamente, na confecção de tubos para a indústria petrolífera. O material, recebido na forma de chapas com espessuras de 9 mm, foi obtido por lingotamento contínuo e trabalhado no laminador de chapas grossas da COSIPA. O material, após a solidificação, foi laminado na forma de placas e resfriado até a temperatura ambiente. Em seguida foi submetido a reaquecimento a 1150 °C, laminação de desbaste e laminação controlada.

A análise química do material foi realizada por difração de raios X na empresa Eletrometal, onde obteve-se as porcentagens em peso dos principais elementos, mostrados na tabela 3.1. Os resultados obtidos pela análise química estão dentro dos limites estabelecidos pela norma API specification 5L [130].

Tabela 3.1 - Composição química em peso dos principais elementos do aço API 5L X65 utilizado neste trabalho.

Elemento	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	V	Ti	Nb	Al
% em peso	0,098	1,63	0,33	0,020	0,002	0,01	0,02	< 0,01	0,022	0,040	0,051

3.2 - Ensaaios de dilatometria

Para que fosse possível a seleção das temperaturas de tratamento térmico, inicialmente foram realizados os ensaios de dilatometria com o objetivo de determinar as linhas de transformação de aquecimento (Ac_1 , Ac_3) e (Ar_1 e Ar_3) de resfriamento, que delimitam a região intercrítica (região do diagrama Fe - C onde se tem o equilíbrio das fases $\alpha + \gamma$). Os elementos de liga presentes no aço API, como o nióbio e o titânio, dependendo da quantidade adicionada, podem exercer influência acentuada nas linhas de transformação do diagrama de fases [131]. Com esses resultados foi possível selecionar as temperaturas de interesse quando se desejou realizar uma austenitização completa ou estimar a fração volumétrica das fases (α e γ) quando o material foi submetido ao tratamento térmico intercrítico.

Esses ensaios foram conduzidos em um dilatômetro da empresa Eletrometal, onde foram determinadas as linhas de transformação no aquecimento e no resfriamento. Para o aquecimento foi utilizada uma velocidade de 1 °C/s e para o resfriamento duas velocidades : 0,1 °C/s e 0,3 °C/s. Essas velocidades foram selecionadas em função das condições práticas que seriam submetidos os corpos de prova durante os tratamentos térmicos realizados neste trabalho.

Através da análise dos resultados obtidos pelo ensaio de dilatometria, apresentados na tabela 3.2, pode-se verificar que os elementos de microadição provocaram um decréscimo nas temperaturas Ar_1 e Ar_3 quando comparados com os valores fornecidos pela literatura para um aço com teor de carbono semelhante, sem elementos de liga, que apresentam Ar_1 em torno de 710 °C e Ar_3 em torno de 850 °C [132].

Tabela 3.2 - Resultados obtidos para o ensaio de dilatometria para algumas temperaturas de transformação do aço API 5L X65 utilizado neste trabalho.

	Taxa (°C/s)	Ac_1 (°C)	Ac_3 (°C)	Ar_1 (°C)	Ar_3 (°C)
Aquecimento	1,0	742	897	#	#
Resfriamento	0,3	#	#	669	815
Resfriamento	0,1	#	#	669	820

3.3 - Tratamentos térmicos

Os tratamentos térmicos foram realizados em dois fornos de resistência de marca EDG - Equipamentos e Controladores. Esses fornos estão equipados com controle diferencial-integral de temperatura, o que permitiu uma oscilação máxima de temperatura de aproximadamente 2 °C. As rotas selecionadas para os tratamentos térmicos podem ser divididas em dois grupos: no primeiro, o material foi submetido a uma austenitização completa e, em seguida, submetido a diferentes taxas de resfriamento. Ainda dentro desse grupo de tratamentos térmicos, um lote de amostras foi austenitizado, mergulhado em um banho de sal do tipo DURFERRIT AS-140 a base de nitratos, com uma temperatura abaixo da linha A_{r1} e em seguida resfriado até a temperatura ambiente. No segundo grupo as amostras foram austenitizadas, resfriadas até a uma temperatura dentro da região intercrítica e submetidas a diferentes taxas de resfriamento. Com esses tratamentos térmicos foram obtidas dez condições metalúrgicas distintas que foram analisadas e comparadas com o aço no estado como fornecido. As temperaturas, tempos de tratamento e taxas de resfriamento foram definidas a partir de diversos ensaios preliminares que serão descritos a seguir.

3.3.1 - Ensaios preliminares

Para a definição das rotas de tratamentos térmicos a serem utilizados, foram obtidas uma série de microestruturas que foram submetidas a ensaio preliminares, com o objetivo de verificar as combinações de resistência e tenacidade e comparar com o resultados do aço no estado como-fornecido. Durante os tratamentos térmicos preliminares, foram variados diversos parâmetros como temperatura, tempos de tratamentos térmicos e taxas de resfriamento.

A partir desses ensaios preliminares foi possível otimizar os tratamentos térmicos subsequentes através da redução dos tempos de exposição em altas temperaturas e da especificação de novas rotas de tratamento que possibilitasse a obtenção de condições metalúrgicas distintas. Foi possível verificar também que o mecanismo que atua de forma mais eficaz nas combinações de resistência mecânica e tenacidade é a taxa de resfriamento. Para a

obtenção das taxas de resfriamento foram selecionados quatro meios utilizados para a extração de calor: água a 20 °C, óleo de têmpera PETRONASA 20A, óleo PETRONASA 404 de alta viscosidade e o último meio de resfriamento foi realizado com ventilação forçada através de jatos de ar comprimido aplicados sobre as amostras. O volume de óleo e de água, de aproximadamente 100 litros, foi dimensionado para que não houvesse variação significativa de temperatura dos banhos de resfriamento.

O monitoramento das curvas de resfriamento foi realizado por intermédio de um termopar cromel-alumel inserido em um corpo de prova de 10 mm de diâmetro, devidamente acoplado a um sistema computadorizado de aquisição de dados, onde obteve-se uma curva de resfriamento, para cada situação utilizada, como mostra o exemplo da figura 3.1. A partir dessas curvas foram calculadas as taxas médias de resfriamento para o intervalo de 750 a 200 °C, cujo resultados estão apresentados pela tabela 3.3.

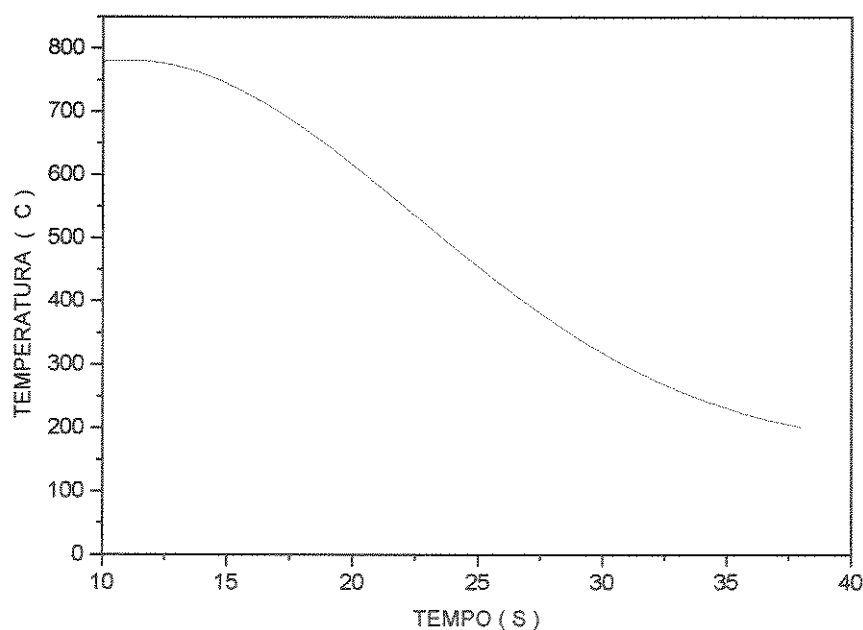


Figura 3.1 - Curva de resfriamento obtida para um corpo de prova de 10 mm de diâmetro mergulhado em óleo de têmpera Petronasa 20A sem agitação a partir de 770 °C.

Tabela 3.3 - Taxa média obtida para os diferentes meios de resfriamento utilizados neste trabalho.

Meio de resfriamento	Taxa média (°C/s)
Água	50
Óleo Petronasa 20A	23
Óleo Petronasa 404	16
Ventilação forçada	7

3.3.2 - Tratamentos térmicos realizados e nomenclatura das condições estudadas

Os corpos de prova que foram submetidos aos tratamentos térmicos foram separados em dez lotes. Cada lote de amostras foi devidamente agrupado em um suporte com uma distância de aproximadamente 5 mm entre as amostras para que fosse evitada heterogeneidade no resfriamento. As rotas de tratamentos térmicos selecionadas para os primeiros cinco lotes, consistiu em uma austenitização a 920 °C por 40 minutos, e resfriamento em diferentes taxas: 7, 16, 23 e 50 °C/s, sendo que um desses lotes foi submetido a um tratamento térmico de austêmpera que consistiu em austenitização a 920 °C por 40 minutos, resfriamento em um banho de sal a 370 °C e manutenção por 20 minutos seguido de resfriamento a 50 °C/s.

Os outros cinco lotes restantes foram submetidos a um tratamento térmico intercrítico, que consistiu em uma austenitização a 920 °C por 40 minutos, resfriamento até 770 °C com manutenção nessa temperatura por 40 minutos seguido de resfriamento a 7, 16, 23 e 50 °C/s, sendo que um desses lotes foi submetido a austenitização a 920 °C por 40 minutos, resfriamento até 710 °C com manutenção nessa temperatura por 40 minutos e resfriamento a 16 °C/s. A sequência dos tratamentos térmicos utilizados estão ilustrados na figura 3.2 e a descrição completa de todos os tratamentos e a nomenclatura, adotada para cada condição metalúrgica estudada, estão descritas na tabela 3.4.

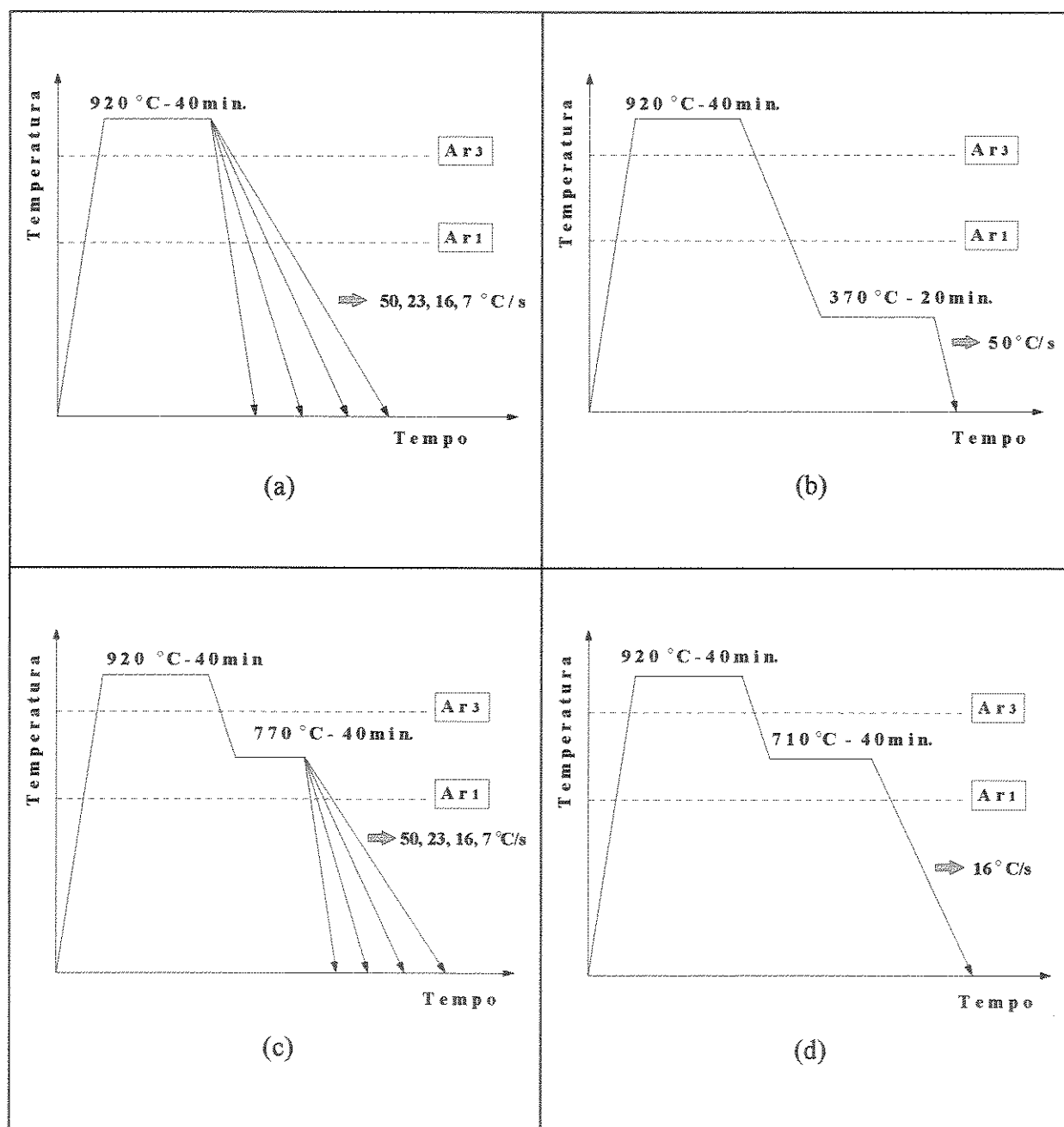


Figura 3.2 - Esquema mostrando as diversas rotas de tratamento térmico utilizadas: (a) austenitização a $920\text{ }^{\circ}\text{C}$ seguido de resfriamento em diferentes taxas, (b) austêmpera em banho de sal mantido em $370\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 20 minutos, (c) têmpera intercrítica a $770\text{ }^{\circ}\text{C}$ seguido de resfriamento em diferentes taxas, (d) têmpera intercrítica a $710\text{ }^{\circ}\text{C}$ seguido de resfriamento a $16\text{ }^{\circ}\text{C/s}$.

Tabela 3.4- Nomenclatura adotada para cada condição metalúrgica estudada neste trabalho.

NOMENCLATURA	TRATAMENTO TÉRMICO
CF	Material no estado como fornecido.
920 - 7 °C/s	Aquecimento a 920 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 7 °C/s.
920 - 16 °C/s	Aquecimento a 920 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 16 °C/s.
920 - 23 °C/s	Aquecimento a 920 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 23 °C/s.
920 - 50 °C/s	Aquecimento a 920 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 50 °C/s.
A - 370 °C	Aquecimento a 920 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento em um banho de sal a 370 °C e manutenção por 20 minutos; Resfriamento a 50 °C/s.
770 - 7 °C/s	Aquecimento a 920 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 770 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 7 °C/s.
770 - 16 °C/s	Aquecimento a 920 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 770 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 16 °C/s.
770 - 23 °C/s	Aquecimento a 920 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 770 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 23 °C/s.
770 - 50 °C/s	Aquecimento a 920 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 770 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 50 °C/s.
710 - 16 °C/s	Aquecimento a 920 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 710 °C e manutenção por 40 minutos; Resfriamento a 16 °C/s.

3.4 - Ensaios de tração

Os corpos de prova apropriados para o ensaio de tração cuja geometria está indicada na figura 3.3, foram usinados segundo a norma ASTM E8 [133] e a simbologia adotada para os parâmetros do ensaio foi baseada na norma ABNT NBR 6152 [134]. Foram preparados cinco corpos de prova por condição, retirados no sentido da laminação e as amostras que foram submetidas aos tratamentos térmicos foram usinadas com sobremetal de 0,5 mm. Após os tratamentos térmicos foi realizada uma usinagem para retirada do sobremetal e o acabamento superficial feito com uma sequência de lixas com granulação de 220, 320, 400 e 600

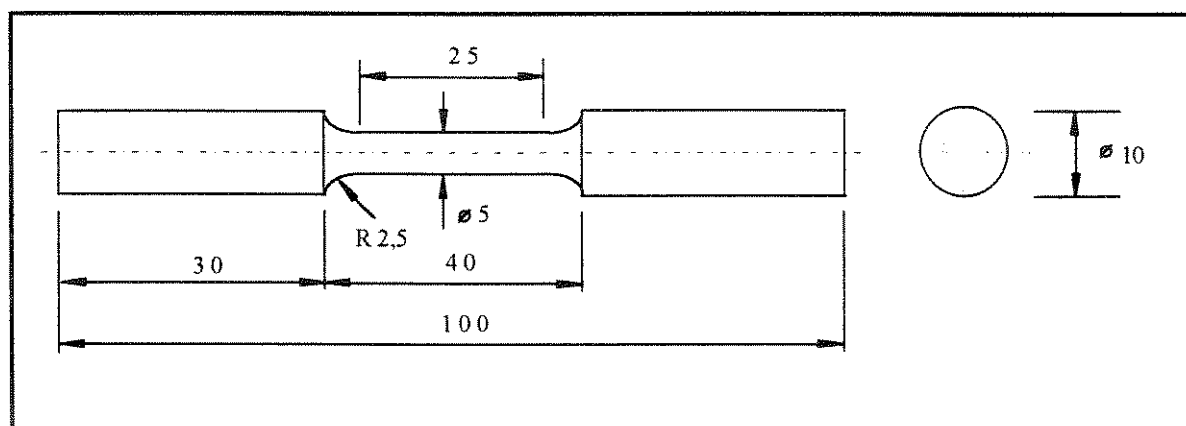


Figura 3.3 - Geometria do corpo de prova utilizados nos ensaios de tração.

Para os ensaios foi utilizada uma máquina MTS modelo 812, com capacidade para 10 toneladas, onde foram determinados os parâmetros de limite de escoamento (σ_e), limite de resistência a tração (σ_t), alongamento total (A), e módulo de elasticidade (E). O alongamento foi medido através de um extensômetro MTS 632.136.20, fixado no comprimento útil dos corpos de prova por intermédio de elásticos. Para as situações que não apresentavam descontinuidade no escoamento, o limite de escoamento foi determinado a partir de uma deformação plástica de 0,2 %. Além dos parâmetros retirados do ensaio, foi calculada a razão de escoamento do material, através da divisão do limite de escoamento (σ_e) pelo limite de resistência a tração (σ_t).

3.5 - Ensaio de tenacidade à fratura

Os ensaios de tenacidade à fratura utilizados foram do tipo CTOD, que se baseia na média dos valores de abertura da ponta de uma trinca, em função de um carregamento monotônico. Os corpos de prova apropriados para os ensaios de tenacidade à fratura, do tipo SE(B) com flexão em três pontos, cuja geometria está esquematizada na figura 3.4, foram especificados segundo a norma ASTM E 1290 [111]. A ASTM define diversas formas de orientações para a retirada dos corpos de prova de tenacidade a fratura, como mostra a figura 3.6. Normalmente a tenacidade à fratura é máxima quando o plano da trinca tem orientação L - T, sendo que nesse caso, este plano é perpendicular a orientação preferencial ou textura do material conformado, e é mínima quando a orientação é S - T [118]. Para este trabalho foi selecionada a condição de maior tenacidade.

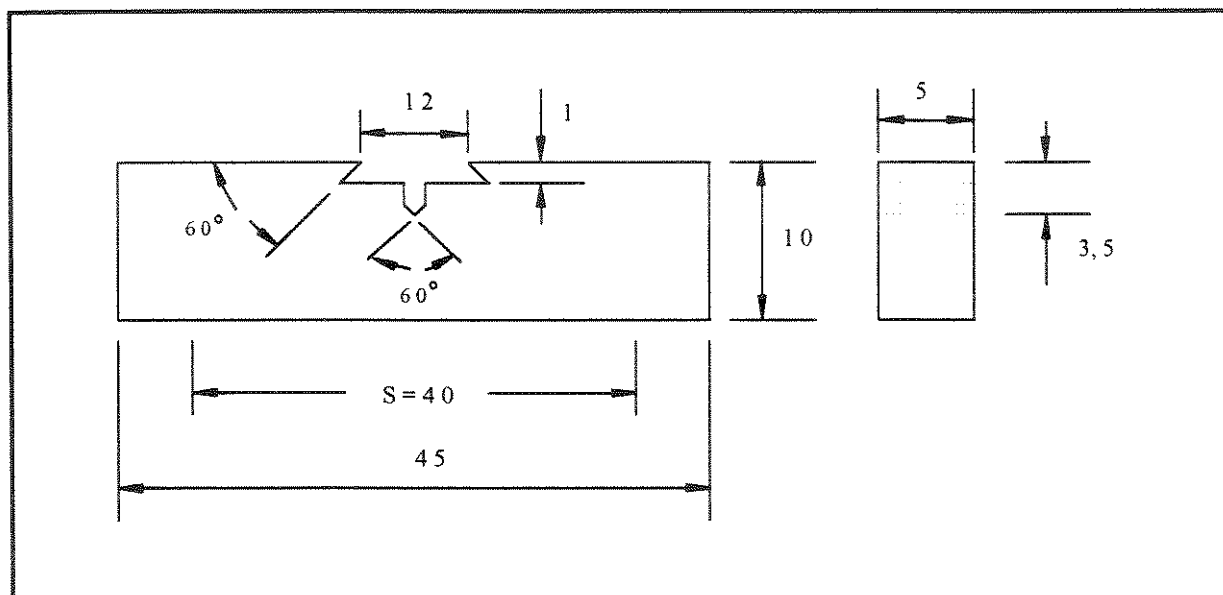


Figura 3.4 - Geometria do corpo de prova do tipo flexão em três pontos utilizados nos ensaios CTOD.

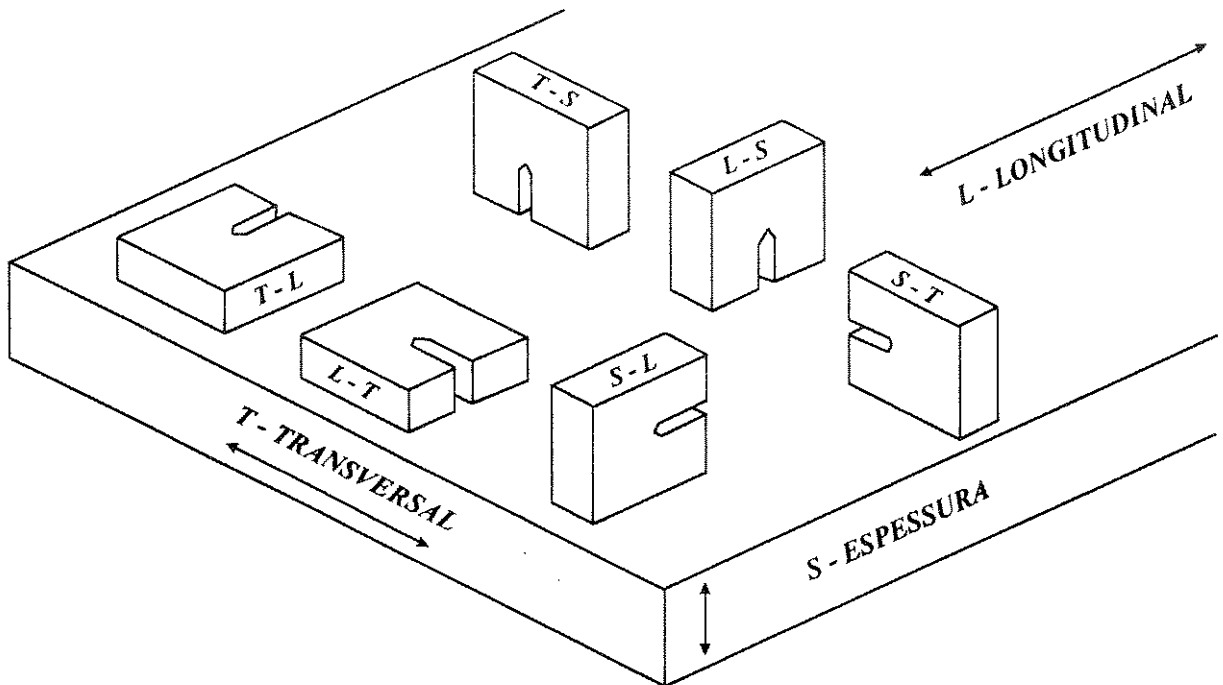


Figura 3.5 - Forma de retirada e nomenclatura de corpos de prova na forma de chapa [107].

Inicialmente os corpos de prova do tipo flexão em três pontos foram submetidos a um carregamento cíclico na máquina de ensaio, com a opção de controle de carga e frequência de 25 Hz, onde gerou-se uma pré-trinca por fadiga na raiz do entalhe de cada um dos corpos de prova. A pré-trinca foi nucleada utilizando-se dois estágios de propagação, delimitados por riscos na superfície do corpo de prova, como mostra a figura 3.6. No primeiro estágio foram utilizadas cargas mais elevadas com o objetivo de acelerar a nucleação e a propagação da pré-trinca. No segundo estágio houve redução do nível de carregamento, de modo a obedecer as recomendações da norma. Os valores das cargas utilizadas para a nucleação da pré-trinca por fadiga e o fator de intensificação de tensão variaram em função da resistência mecânica de cada condição metalúrgica. A tabela 3.5 relaciona os valores utilizados para o aço na condição como-fornecido.

Tabela 3.5 - Valores dos carregamentos e do fator de intensificação de tensão utilizados para a obtenção da pré-trinca por fadiga na condição como-fornecida.

Estágio	$P_{(max)}$	$P_{(min)}$	$K_t (max)$	$K_t (min)$
1º Estágio	1080 N	108 N	21,6 MPa $\sqrt{m}$	2,16 MPa $\sqrt{m}$
2º Estágio	932 N	93,2 N	18,7 MPa $\sqrt{m}$	1,87 MPa $\sqrt{m}$

Os ensaios de tenacidade à fratura foram realizados à temperatura ambiente em uma máquina MTS, utilizando-se controle de deslocamento do atuador com velocidade de 0,01 mm/s. A medida de abertura da ponta da trinca foi realizada com o auxílio de um extensômetro ("clip on gage") MTS modelo 632.03C.20, acoplado no corpo de prova, como mostra a figura 3.6. O parâmetro de tenacidade utilizado foi o δ_m , ou seja, o valor do CTOD quando o ensaio atinge a máxima carga.

Durante o ensaio foi registrada uma curva da carga em função da abertura do extensômetro. No caso do material estudado, a curva se apresentou de forma contínua sem a presença de "pop in". A figura 3.7 (a) mostra, esquematicamente, o critério adotado para a retirada dos valores da carga máxima (P_m) e da componente plástica do deslocamento total (V_p), que foi diferente do método apresentado pela norma ASTM E 1290, uma vez que as curvas obtidas não apresentaram, de forma definida, um patamar de início da máxima carga, como mostra a figura 3.7 (b). Os ensaios foram interrompidos após a carga ter atingido o valor máximo.

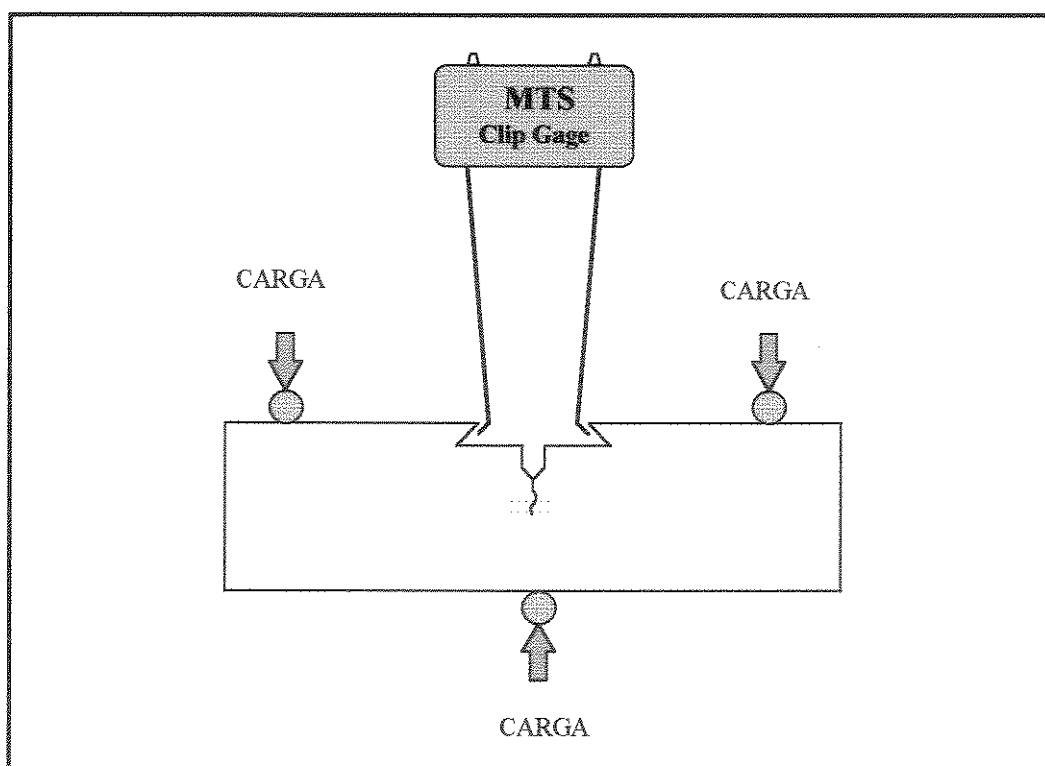


Figura 3.6 - Esquema representativo do modo de fixação do extensômetro para a medida do deslocamento da ponta da trinca.

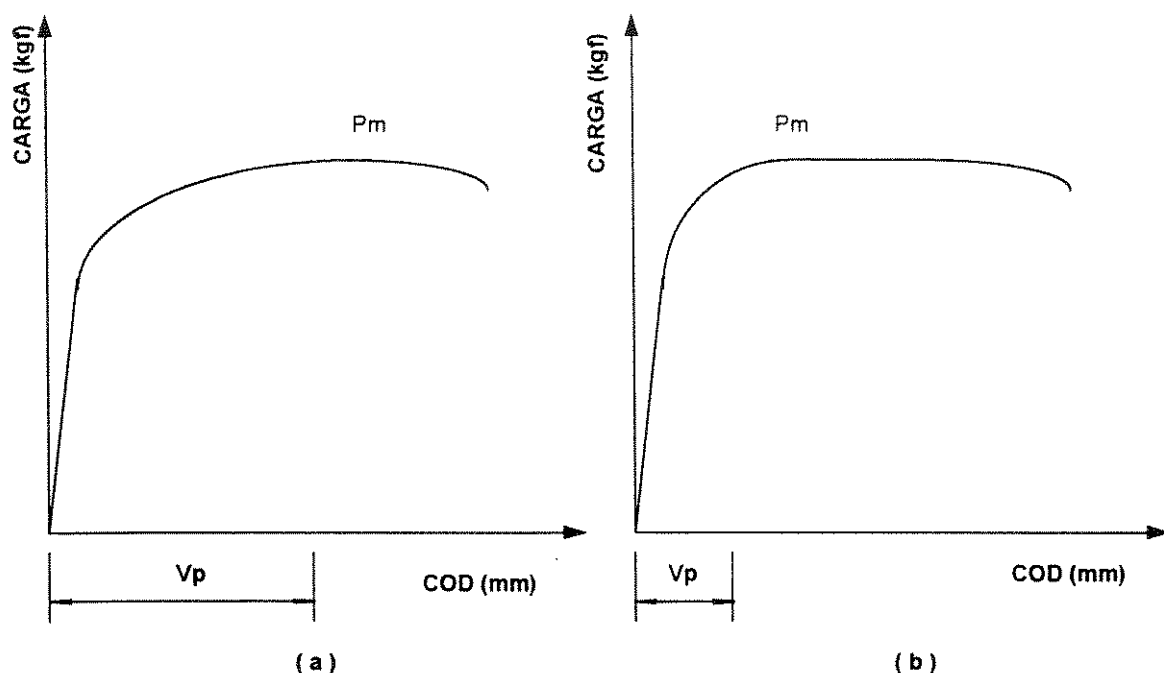


Figura 3.7 - Curvas tensão deslocamento obtidas pelo ensaio do tipo CTOD. (a) Critério adotado para a retirada dos valores da carga máxima (P_m) e da componente plástica do deslocamento total (V_p). (b) Método apresentado pela norma ASTM E 1290 definido quando ocorrer um patamar de início da máxima carga.

Após o ensaio os corpos de prova foram colocados em um recipiente contendo nitrogênio líquido e, em seguida fraturados, obtendo-se assim, uma distinção entre a zona entalhada, a pré-trinca por fadiga, a região de propagação durante o ensaio e a zona correspondente à fratura por clivagem final, conforme figura 3.8. A pré-trinca foi medida nas duas metades, considerando-se como referência para o comprimento da trinca (a_0), o maior comprimento da trinca de fadiga. Esse critério foi adotado uma vez que a frente de propagação da trinca obtida foi plana apresentando pequena variação do comprimento da trinca a_0 ao longo da espessura do corpo de prova. Os valores obtidos para a_0 representam a média aritmética de seis medidas realizadas em um microscópio de medição de duas coordenadas de marca CARL ZEISS, modelo ZKM 01-250C.

O δ_m foi calculado de acordo com as equações apresentadas na tabela 2.4 do capítulo anterior. Todos os cálculos dos valores de CTOD foram realizados com o auxílio de uma planilha desenvolvida no software EXCEL.

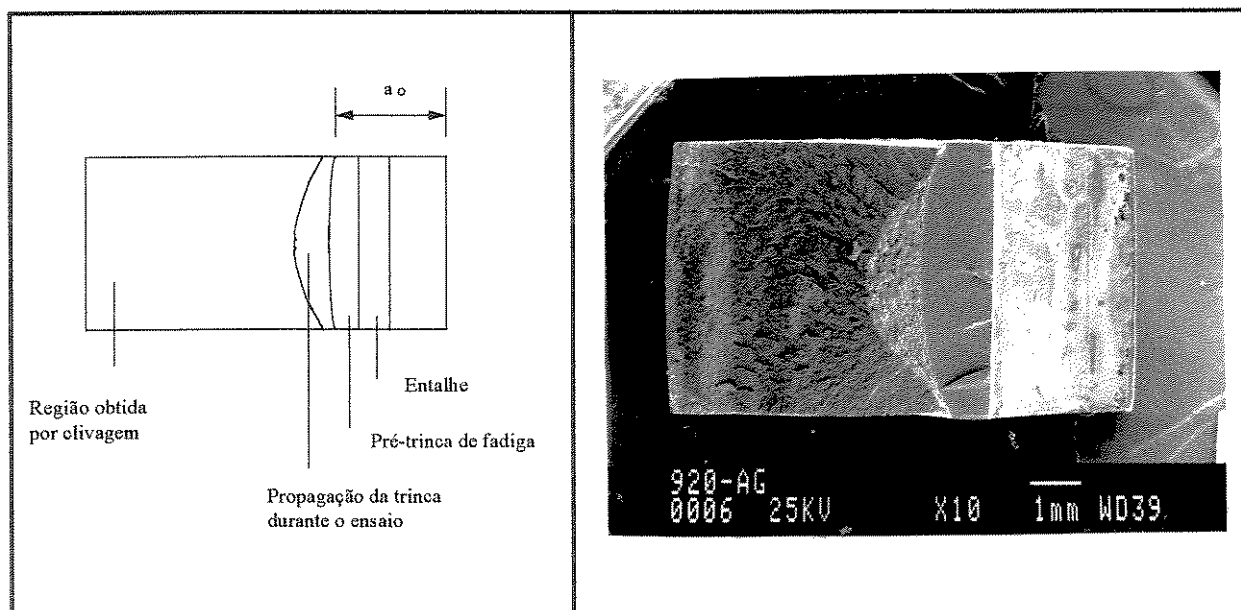


Figura 3.8 - Superfície de fratura de um corpo de prova de tenacidade à fratura (MEV).

3.6 - Ensaios de dureza

Os ensaios de dureza foram realizados em escala Vickers, em um durômetro HECKERT - WPM modelo HPO 250, utilizando-se uma carga de 15 kgf por um tempo de aplicação de 20 segundos. Os valores foram obtidos pela média aritmética de, no mínimo, cinco medidas efetuadas em uma das faces dos corpos de tenacidade à fratura. Estes ensaios foram realizados observando as recomendações da norma ASTM E 92 [135]. As diagonais das impressões foram medidas no visor do aparelho, e a média delas convertidas em dureza Vickers (Hv) conforme tabelas de conversão para carga utilizada.

3.7 - Análise por microscopia óptica

Após os tratamentos térmicos foram selecionadas as amostras para embutimento. As amostras submetidas aos exames de metalografia e de microdureza foram lixadas em uma

seqüência de granulometria de 220 a 1200, dentro do procedimento convencional. O polimento fino foi realizado em pasta de diamante com granulometria de 6 a 0,25 μm .

As amostras, em várias condições do material, foram observadas e fotografadas em um banco metalográfico do tipo NEOPHOT 30, onde foram realizadas observações qualitativas e quantitativas de aspectos microestruturais, onde determinou-se as fases presentes na amostra, fração volumétrica e microdureza das fases. As amostras foram atacadas com dois tipos de reagentes: nital 2 % e o reagente de Le Pera [136]. O nital revela a ferrita com uma cor branca e os produtos transformados com uma cor escura, enquanto o reagente de Le Pera revela a martensita branca, a ferrita marrom e a bainita preta [98].

As frações volumétricas das fases foram determinadas utilizando a técnica da contagem de pontos [137], usando uma grade ou reticulado instalado no microscópio. A prática consiste na contagem do número de pontos do reticulado que incide sobre a fase de interesse. Os pontos que incidiram sobre contornos foram contados como 1/2. A relação entre o número de pontos incidentes e o número total de pontos do reticulado fornece, diretamente, a fração volumétrica das fases.

A microdureza das fases foi medida em escala Vickers em um microdurômetro instalado no banco metalográfico, utilizando uma carga de 10 gf. A escolha da carga foi em função do tamanho da impressão, de modo que não pudesse sofrer interferência de outra fase presente.

3.8 - Análise por microscopia eletrônica de varredura

As superfícies de fratura dos corpos de prova de tenacidade foram analisadas em todas as condições metalúrgicas pesquisadas, em um microscópio eletrônico de varredura JEOL modelo JXA 840A. A superfície de fratura das amostras, inicialmente, foram protegidas com uma película de esmalte, logo após a fratura final, para a proteção contra a formação de óxido. Esta proteção foi removida utilizando-se acetona e um limpador a base de ultra-som. Em seguida as amostras foram coladas em um suporte com uma cola de prata condutora. A análise

teve como objetivo correlacionar aspectos microscópicos e macroscópicos com as propriedades mecânicas e com os valores obtidos para a tenacidade à fratura. Também foram realizadas análises qualitativas dos elementos de algumas inclusões para se tentar definir que tipo de inclusões estavam presentes, como por exemplo óxidos ou sulfetos.

A microscopia eletrônica de varredura também foi utilizada para auxiliar na caracterização das fases presentes nas diversas condições microestruturais. Para a observação da superfície as amostras foram cortadas, embutidas, lixadas, polidas e atacadas com Nital 2 %. Depois de atacadas elas foram desembutidas e metalizadas com ouro em um metalizador BAL-TEC modelo SCD 050, por um período de 60 segundos com uma corrente de 40 A, o que representa aproximadamente uma camada de 150 Å de deposição. Essa deposição não interfere na imagem, apenas melhora sua nitidez devido à melhor condutividade do ouro. Foram utilizados aumentos de 2.000 a 10.000 vezes para a observação das fases.

Capítulo 4

Resultados e Discussão

4.1 - Aspectos Microestruturais

Conforme citado anteriormente, o objetivo deste trabalho foi o de estudar a influência da taxa de resfriamento nas propriedades mecânicas de um aço microligado ao Nb-Ti procurando, mais especificamente, melhores correlações entre resistência mecânica e tenacidade à fratura. Estas melhores correlações de propriedades podem ser atingidas através de alterações de composição química, mudanças no processo de laminação controlada ou por mecanismos de transformação de fases. As alterações de propriedades mecânicas, obtidas neste trabalho foram, principalmente, devido ao mecanismo de transformação de fases. Foram obtidas diversas microestruturas para o aço API 5L X65, sendo que em algumas delas, foi possível a obtenção de melhores correlações de propriedades mecânicas. Através das análises microestruturais realizadas, pode-se supor que estes ganhos foram possíveis devido a uma melhor interação entre as fases presentes.

É importante deixar bem estabelecido que, devido a aplicação do resfriamento forçado em diversas taxas que variaram de 7 a 50 °C/s, houve o cruzamento de diversas linhas de transformação do diagrama de transformação-tempo-temperatura (TTT), onde obteve-se, em alguns casos, microestruturas multifásicas de composições complexas e, portanto, de difícil caracterização. Devido a estas dificuldades as microestruturas foram discutidas com base nos resultados obtidos por microscopia ótica, microscopia eletrônica de

varredura e pelos diagramas TTT fornecidos pela literatura, onde se procurou, através da análise desses parâmetros, relacionar as fases mais prováveis presentes em cada condição de resfriamento.

4.1.1- Microestruturas

As micrografias das figuras 4.1 a 4.5 mostram as microestruturas obtidas para a condição como fornecida e para as condições aquecidas a 920 °C por quarenta minutos e resfriadas em diferentes taxas, onde pode-se notar diferenças acentuadas, provocadas pelas variações da velocidade de resfriamento. Inicialmente, para o aço como fornecido, a microestrutura era tipicamente ferrítico-perlítica, com tamanho de grão relativamente pequeno e com textura de laminação bem definida (figura 4.1). Através da análise da micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura apresentada na figura 4.1 (b) pode-se verificar, de forma mais detalhada, as duas fases presentes e os contornos de grão do aço no estado como-fornecido. Nessa figura é possível identificar a matriz ferrítica, ao fundo, com aparência escura e as lamelas de cementita que compõem a perlita.

Após os tratamentos térmicos foram observadas grandes diferenças microestruturais. Através da análise das micrografias das amostras resfriadas com taxa de 7 °C/s a partir de 920 °C mostrada na figura 4.2, pode-se notar, tanto por microscopia ótica, quanto por microscopia eletrônica de varredura, a presença de três fases. Pela figura 4.2 (b) nota-se a presença de uma matriz ferrítica, uma região perlítica de morfologia lamelar e diversas regiões planas com um aspecto diferente daqueles que se observa nas microestruturas habituais, como ferrita, perlita, bainita ou martensita. Para a taxa de resfriamento utilizadas, nesta microestrutura é bastante possível a presença de uma certa quantidade de austenita retida [138].

O trabalho de TOKIMATSU [15] descreve alguns aspectos favoráveis à ocorrência de austenita retida nos aços, que podem auxiliar no entendimento da formação dessas

microestruturas. Os estudos realizados sugerem que a taxa de resfriamento provoca grande influência na quantidade de austenita retida. Se a taxa de resfriamento é muito elevada, tal como a promovida pelo resfriamento em água, a transformação da austenita pode ser muito acentuada devido a transformação induzida por tensão. Em contraste, quando o resfriamento é muito lento, a retenção de austenita é pequena, devido à disponibilidade de um tempo maior para a sua transformação. Como em taxas de resfriamento muito altas (têmpera em água) e muito baixas (recozimento) há uma tendência de formação de quantidades reduzidas de austenita retida, pode-se supor que exista uma taxa de resfriamento que se obtém o máximo teor desse constituinte. COLOMBAROLI [139] postulou que o máximo é obtido para a velocidade crítica de têmpera ou para o início da transformação bainítica. Essas observações indicam que a fase plana que aparece na microestrutura resfriada a 7 °C/s (figura 4.2b), provavelmente seja composta por alguma parcela de austenita retida.

Uma outra hipótese para a composição desta fase, pode ser explicada pelo mecanismo de transformação martensítica. A bibliografia básica sobre a formação da martensita a descreve como uma solução supersaturada de carbono num reticulado tetragonal de corpo centrado, cuja relação dos parâmetros da rede para os aços ao carbono pode ser definida pela equação 4.1 [140]:

$$c/a = 1 + 0,0467 \cdot (\% \text{ C em peso}) \quad (4.1)$$

A estrutura seria, portanto, cúbica de corpo centrada quando o teor de carbono estivesse próximo a zero. No caso da microestrutura resfriada a 7 °C/s mostrada figura 4.2, não se tem dúvida que durante a sua formação tenha ocorrido um mecanismo de difusão, uma vez que o material estava totalmente austenitizado a 920 °C e, a após o resfriamento, foi possível identificar uma matriz ferrítica com algumas colônias lamelares de perlita. Deste modo, a fase plana em questão pode ter sido formada por um mecanismo de cisalhamento da austenita remanescente, que não se transformou em perlita ou ferrita, tendo porém relação c/a de distorção da rede tendendo a um. Deste modo, esta microestrutura seria composta de ferrita, perlita e martensita com pequena distorção do reticulado.

Esse resultado não contrasta com os resultados de SANTOS *et al* [141] que também obtiveram microestruturas compostas de ferrita, perlita e martensita em um aço com 0,15 %C, 1,39 % Mn, 0,39% Si, 0,046% Nb e 0,046 % V, embora tenham utilizado uma rota de tratamento térmico um pouco diferente da utilizada neste trabalho. No trabalho de Santos [141], o aço foi austenitizado a 900 °C por 15 minutos, resfriado ao ar até uma temperatura em torno de 600 °C, e em seguida resfriados em duas taxas distintas (36 e 300°C/s) até a temperatura ambiente. A tabela 4.1 mostra as frações volumétricas de ferrita perlita e martensita obtidas para as duas rotas de tratamentos térmicos utilizados.

Tabela 4.1 - Fração volumétrica das fases ferrita, perlita e martensita obtidas pelo trabalho de SANTOS *et al* [141], onde as amostras foram austenitizadas a 900 °C por 15 minutos, resfriadas ao ar até uma temperatura entre 600 a 660 °C, seguido de resfriamento acelerado.

Temperatura de início de resfriamento forçado (°C)	Taxa de resfriamento forçado (°C/s)	Constituintes	Fração volumétrica (%)
600	36	martensita	1
		ferrita	84
		perlita	15
660	300	martensita	20
		ferrita	77
		perlita	3

Os estudos de SPINELLI [142] mostraram também que algumas microestruturas desenvolvidas na região termicamente afetada por soldagem, apresentaram uma fase plana muito semelhante a fase obtida pelo aço austenitizado a 920 °C e resfriado a 7 °C/s, mostrada na figura 4.2 (b) deste trabalho. Neste caso, a fase obtida por SPINELLI [142], cuja microestrutura está mostrada na figura 4.6, foi descrita como uma microfase formada por uma maior concentração de elementos de liga como nióbio, titânio e manganês.

O trabalho realizado por DAVIS e KING [2], descreve o efeito da taxa de resfriamento na microestrutura de um aço de alta resistência e baixa liga reaquecido na região intercrítica, onde são aplicados alguns ciclos de tratamentos térmicos para estudo do desenvolvimento de microestruturas. Durante o aquecimento do material até a região intercrítica ocorre,

inicialmente, a nucleação e crescimento da austenita nos contornos da microestrutura prévia. Em seguida, estas ilhas de austenita se tornam enriquecidas apenas por carbono, uma vez que não houve tempo suficiente para a difusão de elementos substitucionais e, durante o resfriamento, se transformam em um produto comumente denominado por constituinte MA.

Diversos autores [95,143-147] que trabalham com desenvolvimento de microestruturas de aços de baixo carbono obtidos por resfriamento acelerado, têm identificado a segunda fase dessas microestruturas, quando se tem a presença de martensita e austenita retida, como constituintes MA. O trabalho de DOGAN *et al* [147] colocou de forma clara a convenção que utilizou para denominar esta fase. O termo constituinte MA foi utilizado para descrever os constituintes que aparecem com tonalidade marrom quando observados por microscopia ótica e de cor branca quando observado por microscopia eletrônica de varredura, após o ataque com nital.

O trabalho de HRIVNAK *et al* [143] fez uma revisão onde apresenta um resumo de diversos trabalhos de pesquisa realizados sobre o fenômeno dos constituintes MA em aços ARBL. O constituinte MA é descrito como uma fase de composição complexa, constituídas de ripas de martensita, austenita retida e partículas de cementita.

Através da análise das diversas sugestões colocadas e do grande número de trabalhos que tem adotado esta terminologia, esta última hipótese parece ser a mais aceita. De acordo com estas observações a fase clara e de aspecto plano quando observada por microscopia eletrônica de varredura que aparece em diversas microestruturas pesquisadas por este trabalho, será denominada como constituinte MA. Sendo assim a condição resfriada a 7 °C/s a partir de 920 °C apresentou microestrutura constituída de ferrita-perlita- constituinte MA.

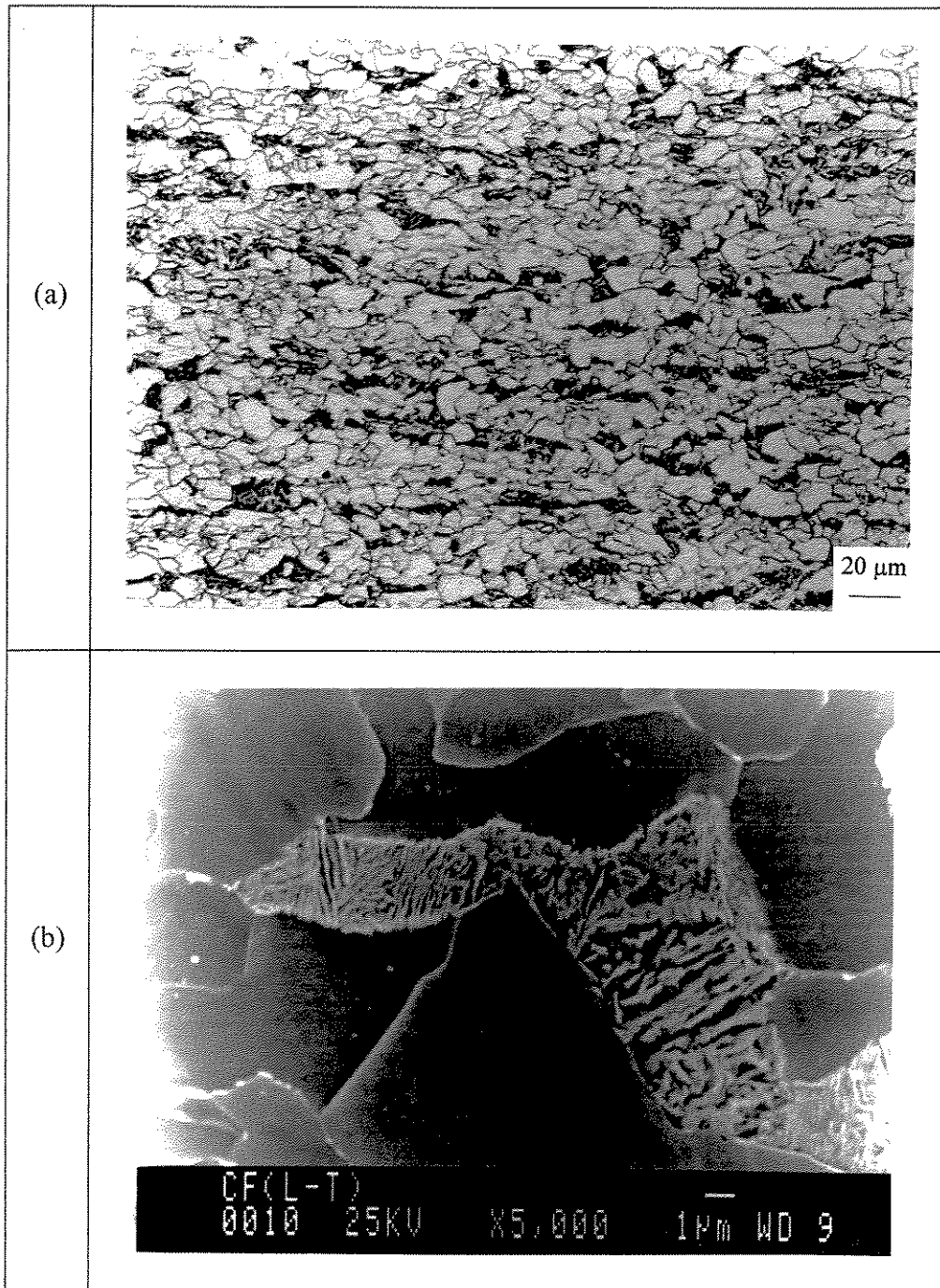


Figura 4.1 - Microestrutura do aço API 5L X65 na condição como fornecida. Ataque: Nital 2%. (a) microscopia ótica - regiões claras - ferrita, regiões escuras - perlita; (b) microscopia eletrônica de varredura, mostrando uma matriz ferrítica (regiões escuras) e regiões lamelares perlíticas (regiões claras).

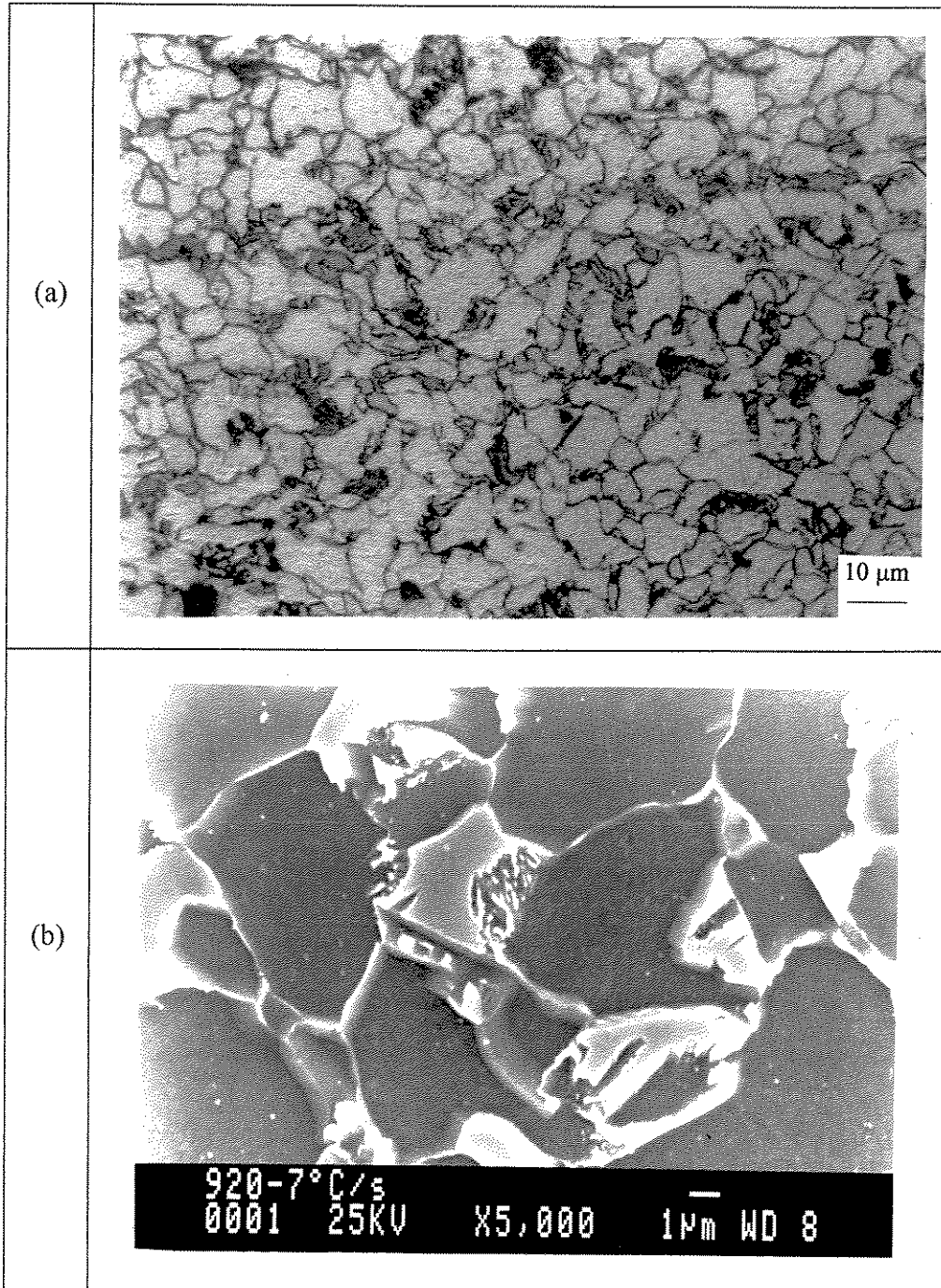


Figura 4.2 - Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 7 °C/s, onde é possível verificar a presença de três fases. Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica; (b) microscopia eletrônica de varredura.

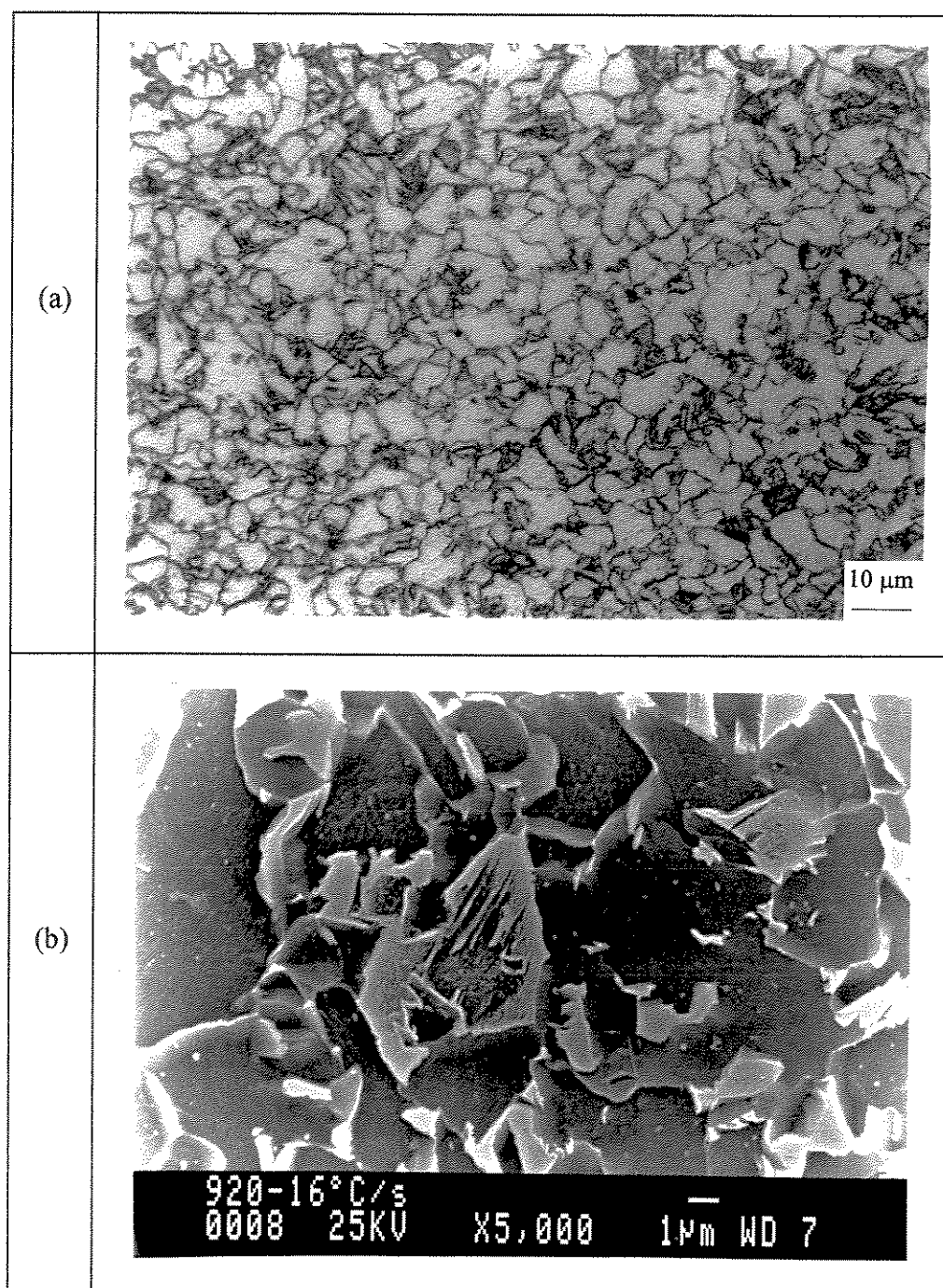


Figura 4.3 - Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização o a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 16 °C/s, onde é possível verificar a presença de três fases. Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica; (b) microscopia eletrônica de varredura.

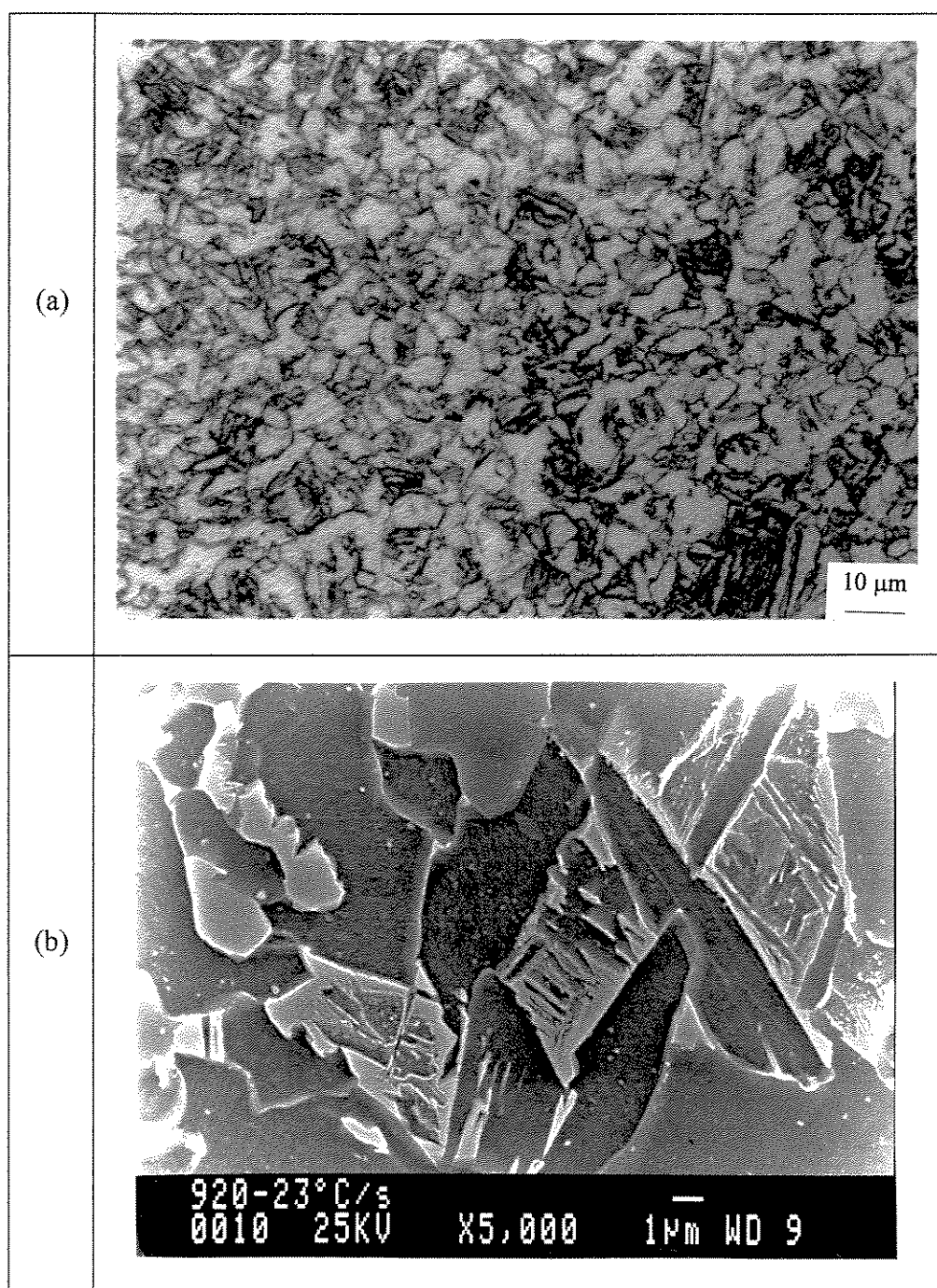


Figura 4.4 - Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 23 °C/s, onde é possível verificar a presença de três fases. Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica; (b) microscopia eletrônica de varredura.

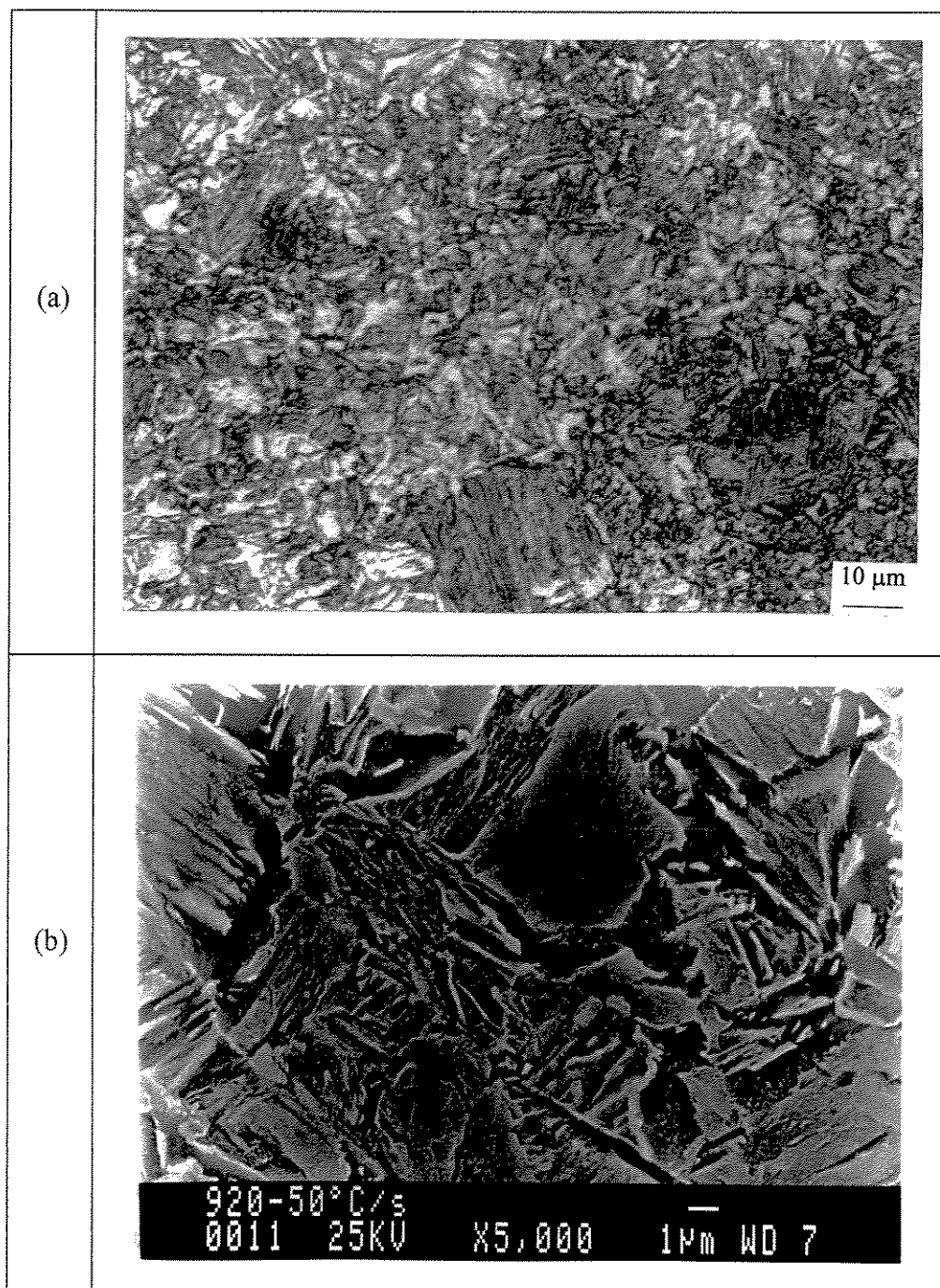


Figura 4.5 - Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 50 °C/s, Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica mostrando uma microestrutura constituída de ferrita e martensita sem contornos de grão definidos típica da têmpera convencional em aços de baixo carbono; (b) microscopia eletrônica de varredura, mostrando as placas de martensita em uma matriz ferrítica.

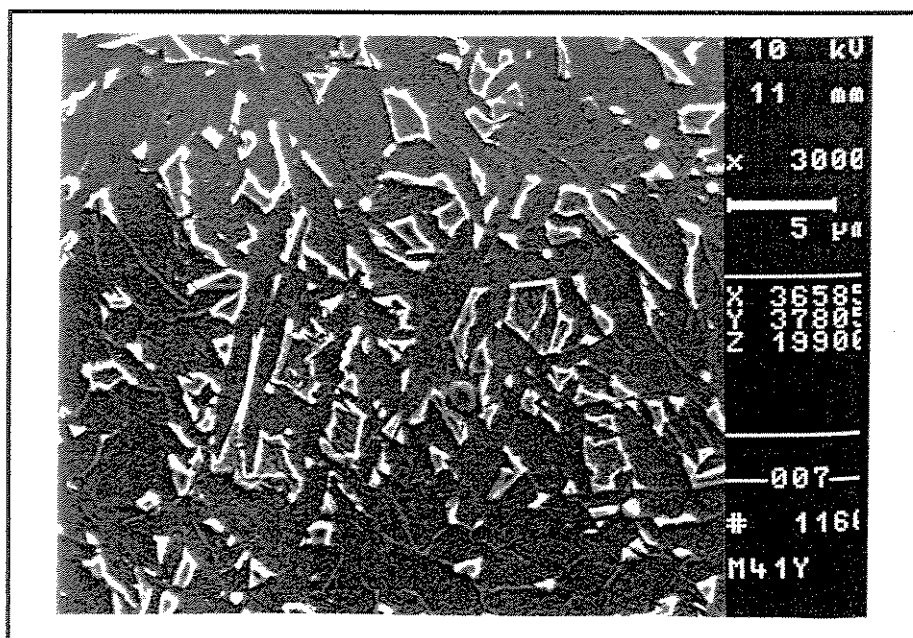


Figura 4.6 - Microestrutura obtida pelo trabalho de SPINELLI [142], mostrando a morfologia das microfases formadas na região de soldagem de um aço de ultra baixo carbono, onde pode-se notar alguma semelhança com a fase mostrada na figura 4.2 (b). Microscopia eletrônica de varredura. Ataque: nital 2%.

Com já foi dito anteriormente, uma das características mais importantes dos aços microligados, é a vasta faixa de microestruturas que se consegue após o tratamento termomecânico seguido de resfriamento acelerado. O trabalho de ZHAO [148], descreve uma série de microestruturas que são possíveis de se formar nos aços, através da aplicação do resfriamento contínuo. Estas combinações de microestruturas são possíveis devido a alterações provocadas, pelas adições de elementos de liga, no diagrama TTT, como mostra a figura 4.7 [91]. Diversos pesquisadores [25,145,148] têm mostrado também a possibilidade de formação de microestruturas multifásicas, constituídas de combinações de três ou mais fases como ferrita, perlita, martensita, bainita e austenita retida. Estas diversas combinações podem propiciar, além de melhorias nas propriedades mecânicas, melhores correlações entre resistência mecânica e tenacidade à fratura.

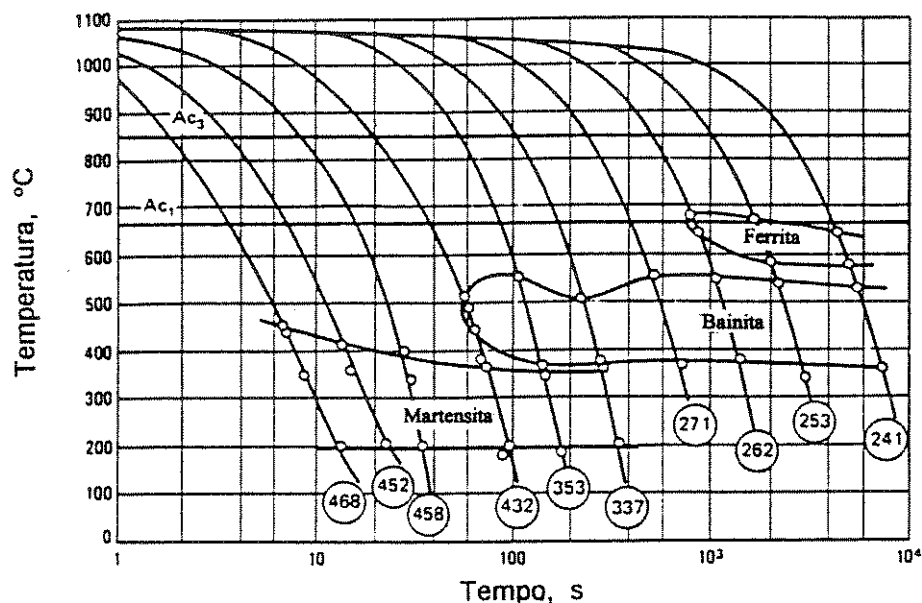


Figura 4.7 - Diagrama de transformação com resfriamento contínuo de um aço 1524 MoV, mostrando a possibilidade de obtenção de diversas combinações microestruturais em função da velocidade de resfriamento. Os números dentro dos círculos correspondem à dureza Vickers para as microestruturas correspondentes [91].

Neste trabalho, com o aumento da velocidade de resfriamento para 16 °C/s (figura 4.3) e 23 °C/s (figura 4.4) para as amostras resfriadas a partir de 920 °C, verificou-se uma diminuição da fração volumétrica da fase constituinte MA. Verificou-se também a presença de colônias de uma fase com aspecto acicular que aparece em maior quantidade na amostra resfriada a 23 °C/s. Para um melhor entendimento da composição das fases das amostras resfriadas em taxas mais elevadas foram analisados diversos diagramas de transformação obtidos por resfriamento contínuo. A figura 4.8 mostra um diagrama de transformação de um aço de baixo carbono (0,15%) contendo 0,25 % Si e 1,40% Mn [149]. Através da análise desse diagrama, pode-se concluir que dependendo das taxas de resfriamento utilizadas, pode-se obter microestruturas compostas de ferrita, perlita e bainita. Com o aumento da temperabilidade, provocada pelas microadições e um teor maior de manganês, seria possível também a obtenção de microestruturas constituídas de ferrita, bainita e martensita. De acordo com essa análise e com o aspecto morfológico das figuras 4.3 e 4.4, pode-se afirmar que as microestruturas das amostras 920 - 16 °C/s e 920 - 23 °C/s, são constituídas de ferrita-bainita

e constituinte MA. O microconstituente acicular apresentado na figura 4.4 (b) mostra de forma mais clara as plaquetas de bainita que se formam por um mecanismo de natureza dupla, pois envolve transformações de nucleação e crescimento controladas por um mecanismo de difusão e, ao mesmo tempo, um mecanismo de cisalhamento, semelhante a uma transformação martensítica.

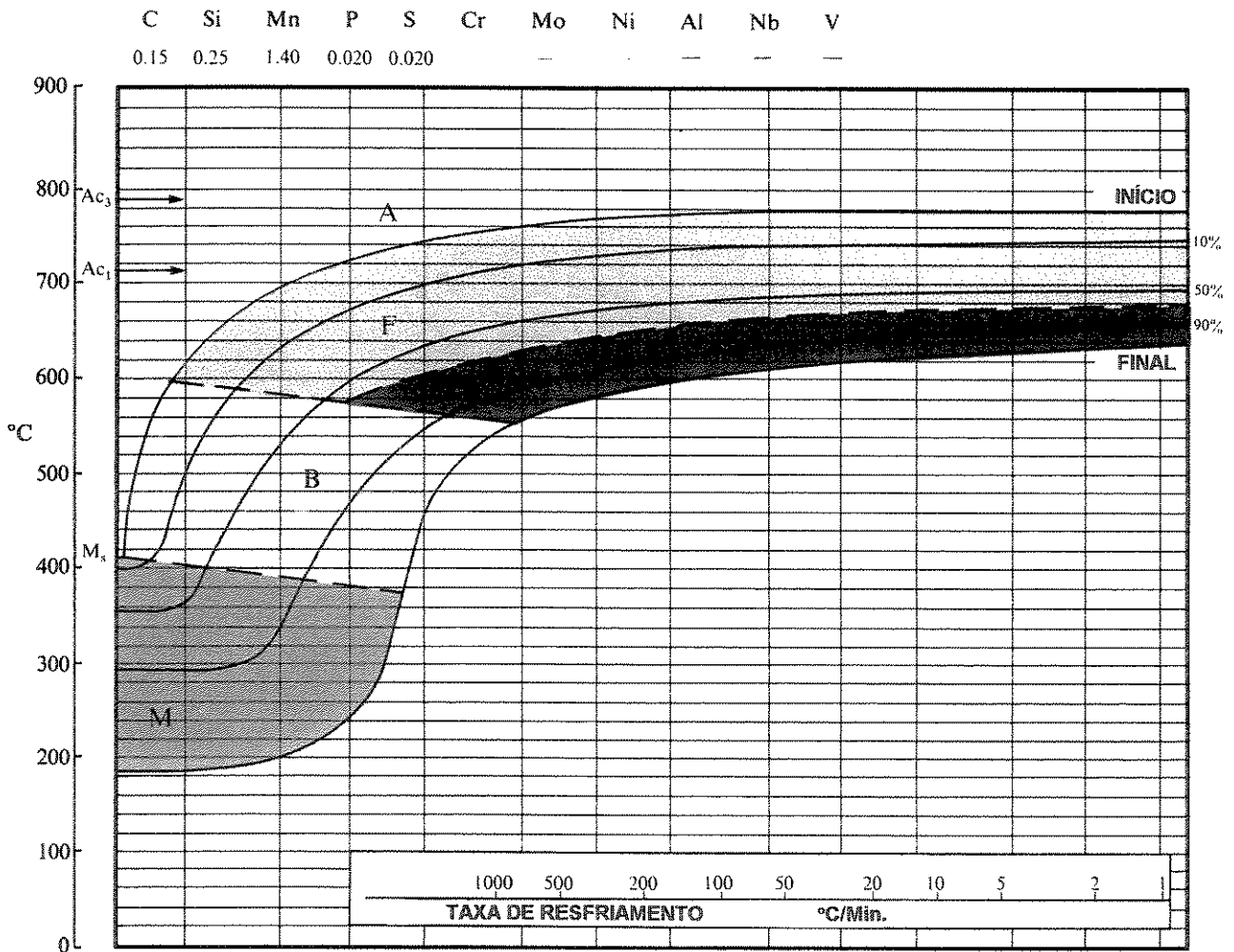


Figura 4.8 - Diagrama de resfriamento contínuo de um aço contendo 0,15 %C, 0,25 %Si e 1,40 %Mn, indicando que dependendo da taxa de resfriamento utilizada é possível a obtenção de microestruturas constituídas por ferrita (F), perlita (P), martensita (M) e bainita (B) [149].

A amostra resfriada a 50 °C/s (3000 °C/min.) apresentou uma microestrutura martensítica característica da têmpera convencional em aços de baixo carbono, devido a alta taxa de resfriamento utilizada. Para esta situação pode-se notar na figura 4.5 (a), algumas

regiões ferríticas claras, formadas devido ao baixo teor de carbono do aço, porém sem contornos de grão definidos.

A figura 4.9 mostra, com menor aumento, as microestruturas obtidas nas diversas taxas de resfriamento a partir de 920 °C, onde estão relacionadas de forma resumida a composição microestrutural de cada situação.

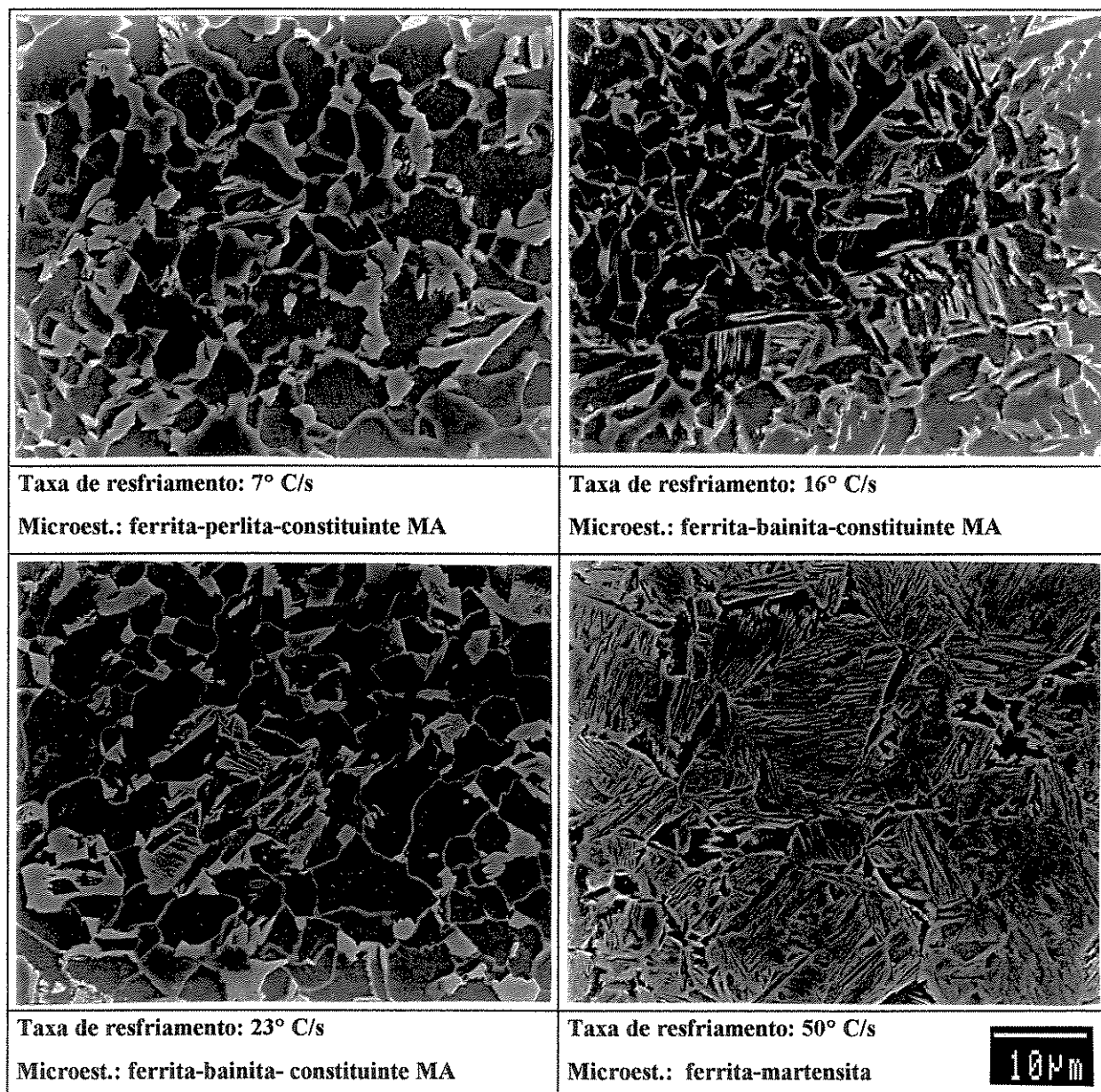


Figura 4.9 - Síntese das microestruturas obtidas pelo aço API 5L X65, austenitizado a 920 °C/s por 40 minutos e resfriado em diferentes taxas. Microscopia eletrônica de varredura. Ataque nital 2%.

As migrografias da figura 4.10 mostram a microestrutura obtida pelo aquecimento do material a 920 °C por 40 minutos, seguido de resfriamento em banho de sal a 370 °C por 20 minutos, com posterior resfriamento a 50 °C/s. Esta rota de tratamento térmico, foi utilizada para a obtenção de uma maior fração volumétrica de bainita. A análise da figura 4.10 (a) mostra por microscopia ótica, que a microestrutura obtida apresentou uma granulação bastante refinada, com matriz ferrítica e a segunda fase (fase escura), regularmente distribuída na matriz. Esta microestrutura é constituída, provavelmente de ferrita e bainita, sendo que através da análise da figura 4.10 (b) é possível verificar que nessa amostra também houve a presença de algumas partículas de constituintes MA.

As migrografias das figuras 4.11 a 4.14 mostram as microestruturas obtidas para as condições submetidas ao tratamento térmico intercrítico a partir de 920 °C. Essas microestruturas foram obtidas, através de um aquecimento até uma temperatura de austenitização e, logo após, resfriadas até uma temperatura entre as linhas A_{r1} e A_{r3} , seguido de resfriamento em diferentes taxas. Nesses casos as microestruturas finais foram formadas a partir de uma microestrutura prévia constituída de ferrita e austenita. Torna-se importante salientar que, apesar do teor de carbono do aço ser relativamente baixo, dentro da região intercrítica a austenita encontra-se enriquecida por carbono.

Através da análise da figura 4.15 pode-se verificar que a austenita na região intercrítica, pode apresentar altos teores de carbono, podendo atingir uma composição superior a 0,5 %C [72]. Este enriquecimento de carbono da austenita terá, certamente, uma grande influência na formação das microestruturas finais, uma vez que a austenita de alto carbono apresentará maior temperabilidade. Na microestrutura da amostra submetida ao tratamento térmico intercrítico e resfriada a 7 °C/s, mostrada na figura 4.11 (a) é possível verificar por microscopia ótica, a presença de duas fases. No entanto quando esta amostra foi observada por microscopia eletrônica de varredura com aumento em torno de 5000 vezes, figura 4.11 (b), nota-se claramente, a presença de três fases: uma matriz ferrítica, a segunda fase com aspecto tendendo a lamelar e uma fase com aspecto plano semelhante à microfase presente na amostra aquecida a 920 °C por 40 minutos e resfriada a 7 °C/s esquematizada na figura 4.2(b), identificada como constituinte MA.

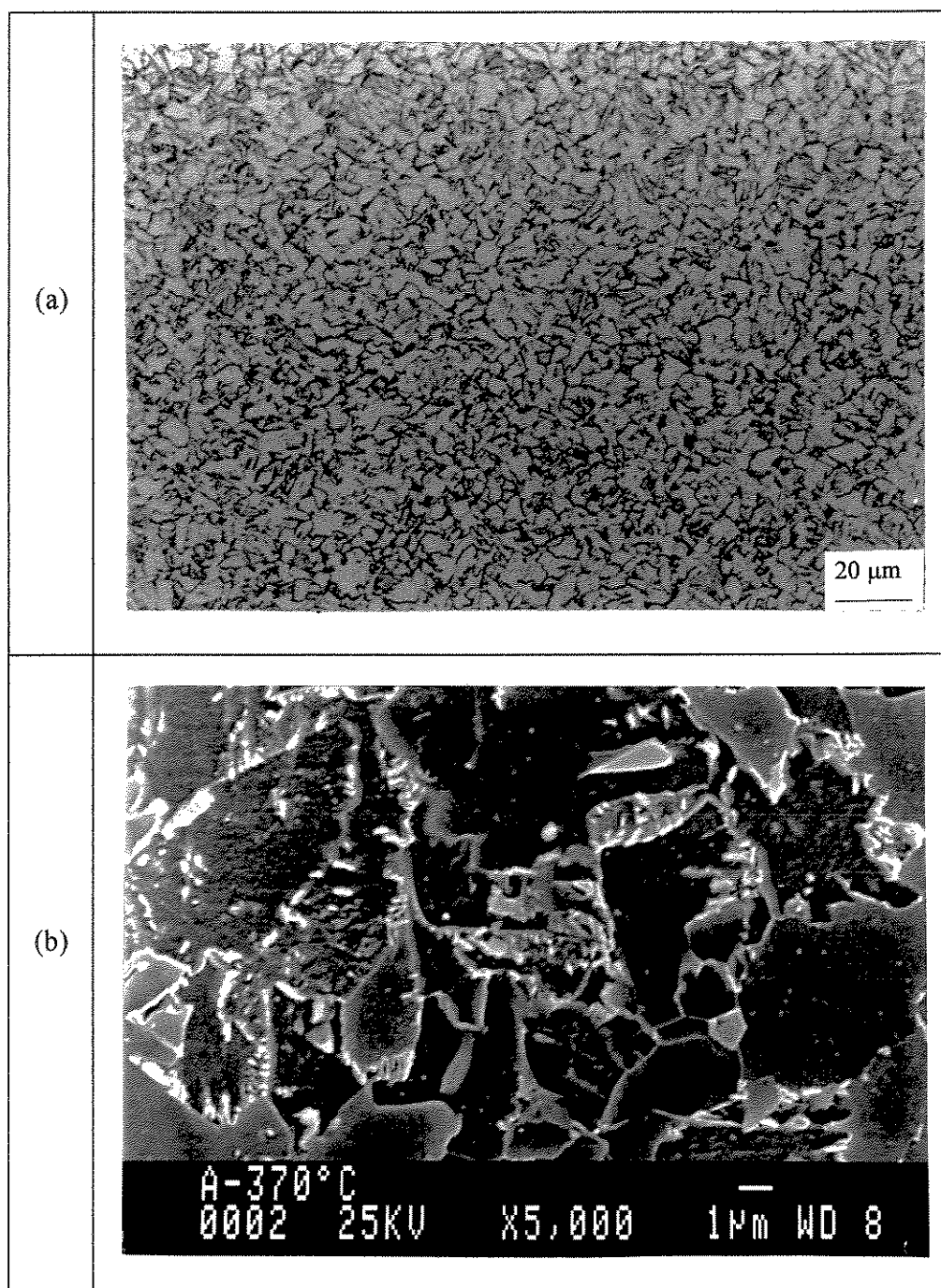


Figura 4.10 - Microestrutura do aço API 5L X65 austenitizado a 920 °C por 40 minutos, resfriado em banho de sal a 370 °C por 20 minutos seguido de resfriamento a 50° C/s. Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica mostrando uma microestrutura ferrítica-bainítica; (b) microscopia eletrônica de varredura, mostrando uma matriz ferrítica (regiões escuras) e os produtos de transformação (regiões claras).

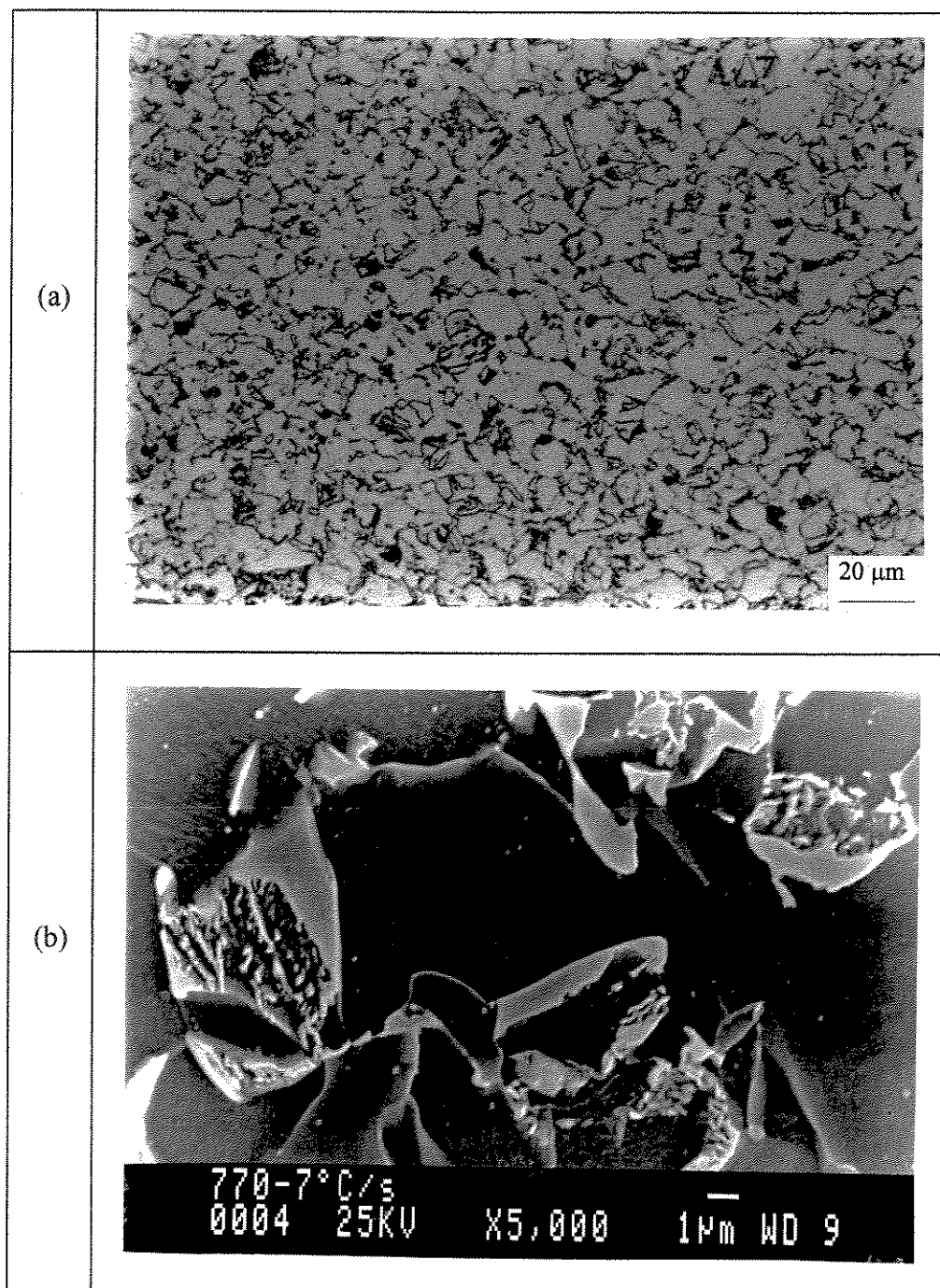


Figura 4.11 - Microestrutura do aço API 5L X65 austenitizado a 920 °C por 40 minutos resfriado até 770 °C e mantido por 40 minutos seguido de resfriamento acelerado até a temperatura ambiente a uma taxa de 7 °C/s. Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica (b) microscopia eletrônica de varredura, mostrando a presença de três fases.

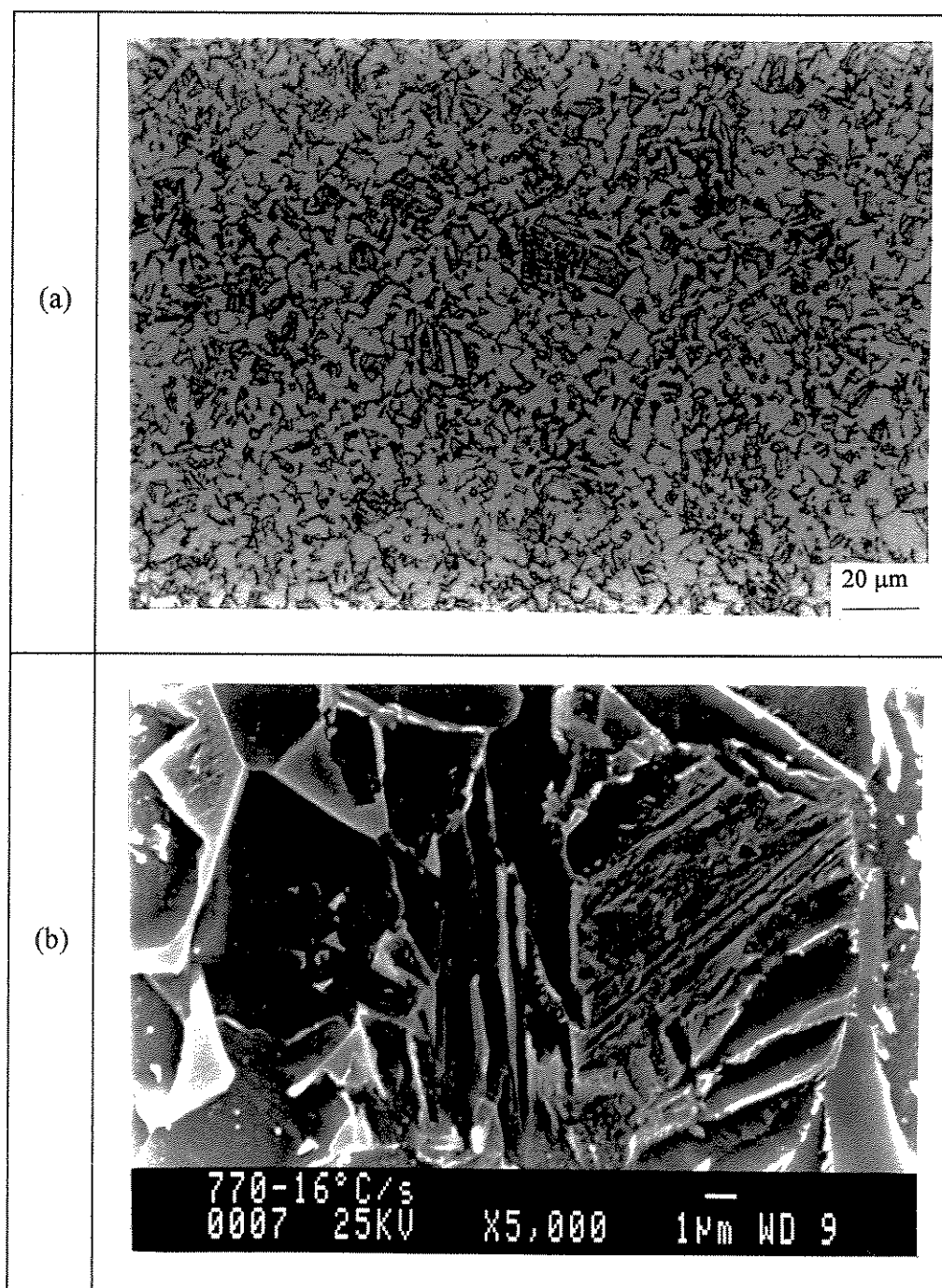


Figura 4.12 - Microestrutura do aço API 5L X65 austenitizado a 920 °C por 40 minutos, resfriado até 770 °C e mantido por 40 minuto seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 16 °C/s. Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica; (b) microscopia eletrônica de varredura.

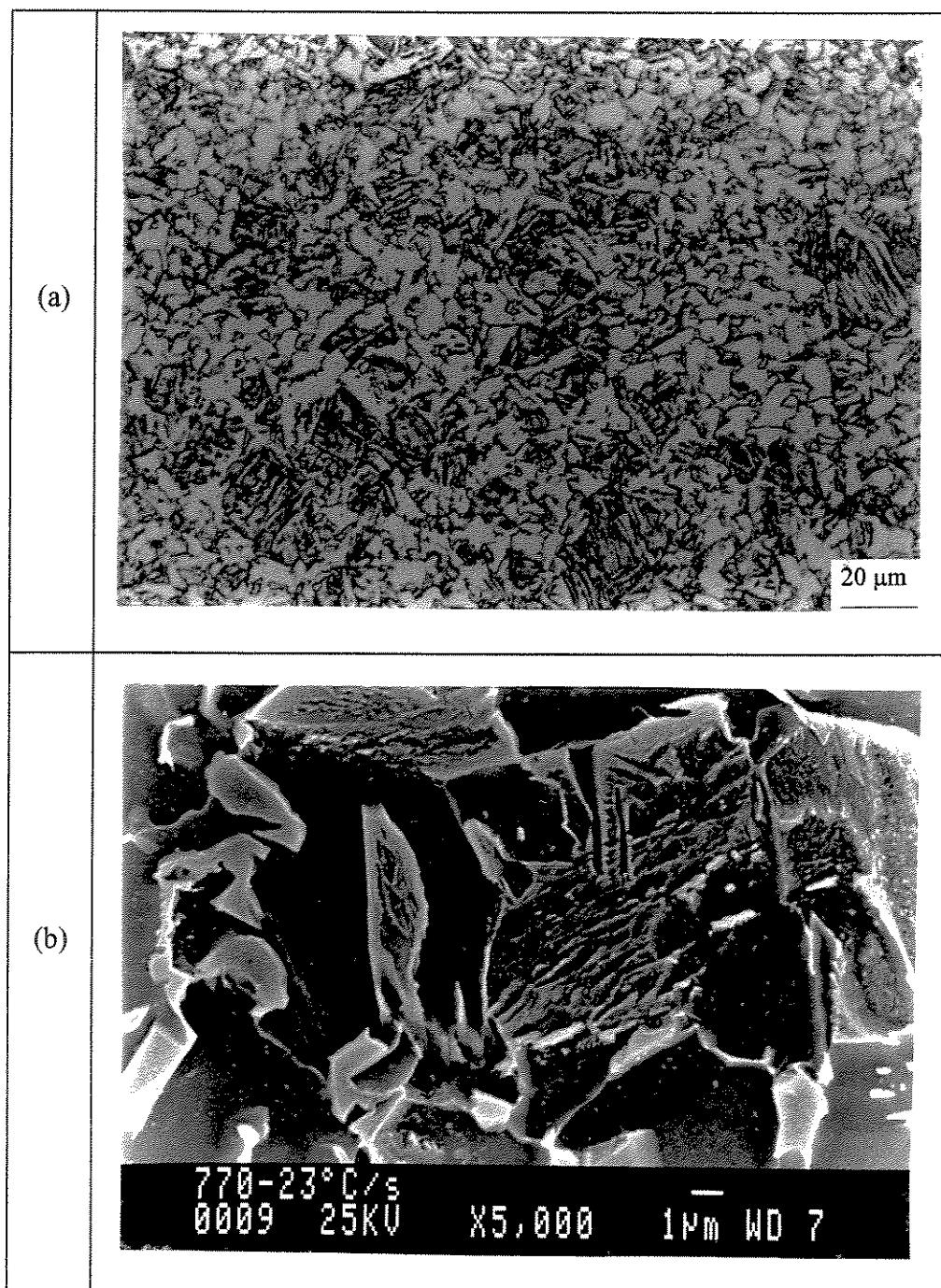


Figura 4.13 - Microestrutura do aço API 5L X65 austenitizado a 920 °C por 40 minutos, resfriado até 770 °C e mantido por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 23 °C/s. Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica; (b) microscopia eletrônica de varredura.

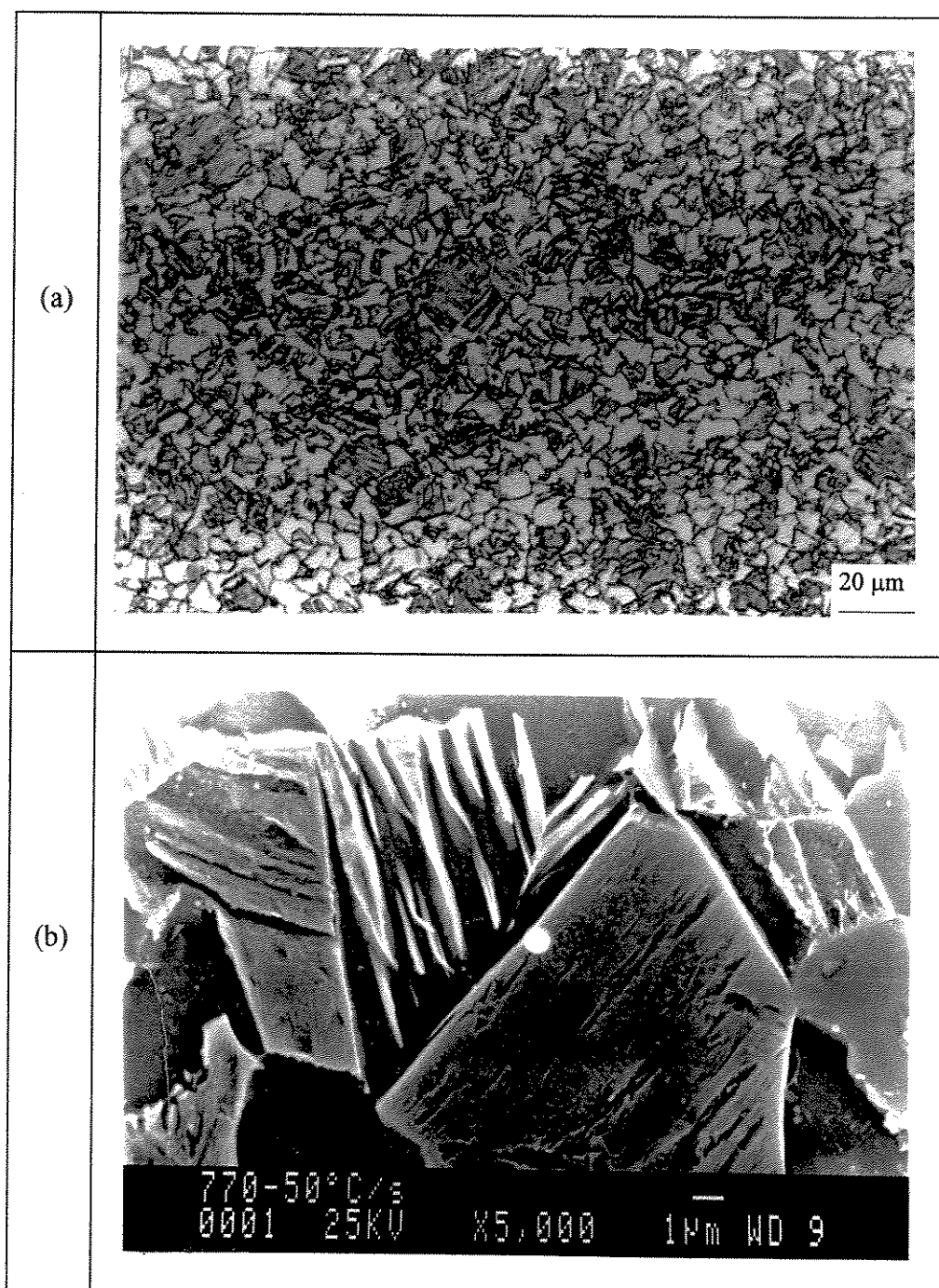


Figura 4.14 - Microestrutura do aço API 5L X65 austenitizado a 920 °C por 40 minutos, resfriado até 770 °C e mantido por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 50 °C/s, Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica mostrando uma microestrutura constituída de ferrita e martensita. (b) microscopia eletrônica de varredura, mostrando as placas de martensita em uma matriz ferrítica.

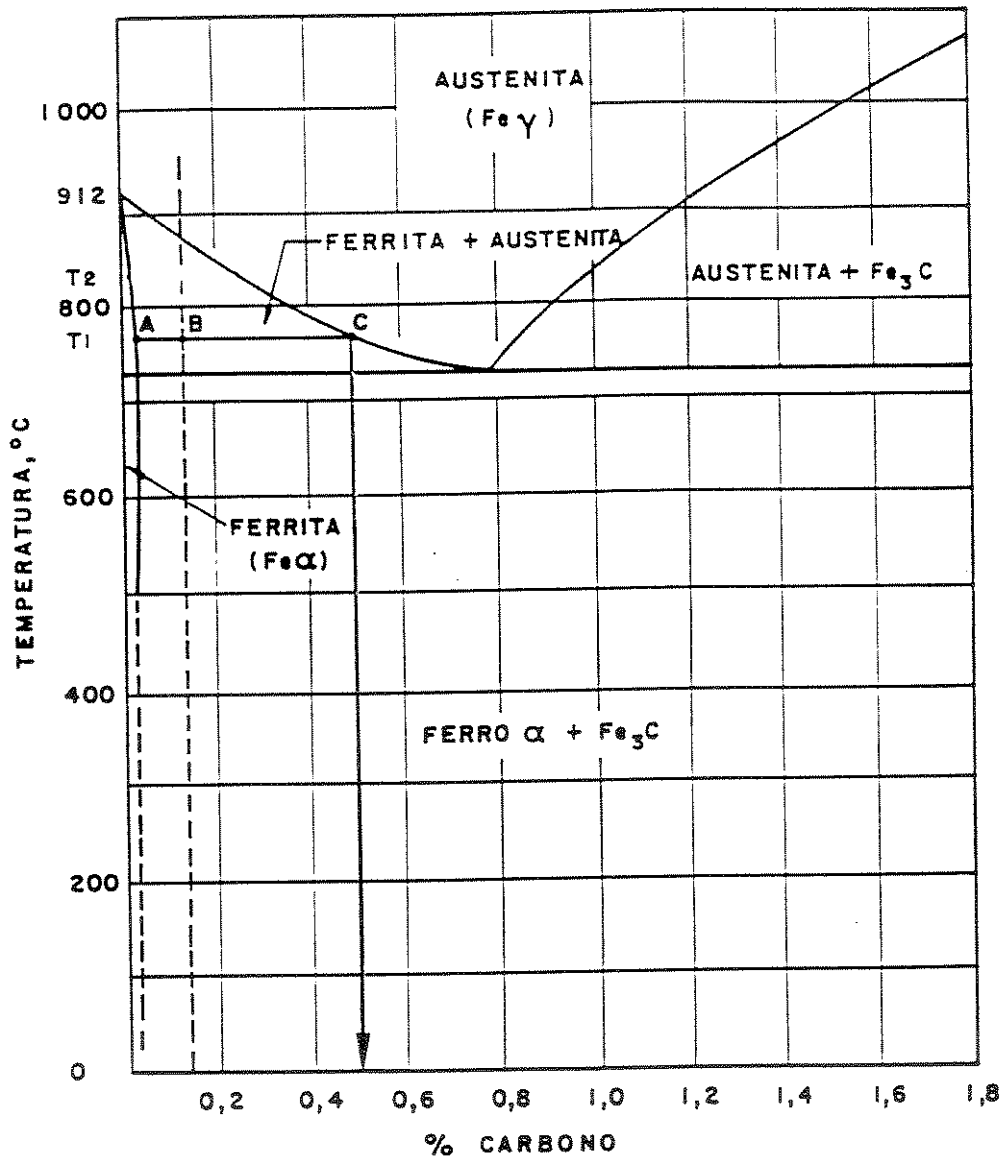


Figura 4.15 - Esquema representando o enriquecimento de carbono da austenita dentro da região intercrítica [72].

A figura 4.16 mostra o diagrama de resfriamento contínuo para um aço contendo 0,38 %C, 0,25 %Si e 1,80 % Mn, indicando que nas taxas de resfriamento utilizadas por este trabalho as microestruturas seriam constituídas de ferrita, perlita e bainita para as amostras resfriadas a 7 °C/s (420 °C/min), bainita e martensita para as amostras resfriadas a 16 e 23 °C/s (960 e 1380 °C/min. respectivamente) e martensita para as amostras resfriadas a 50 °C/s (3000°C/min). Embora os diagramas de transformação de resfriamento contínuo

possam funcionar como auxiliares no entendimento da formação das microestruturas, a sua comparação fica um tanto quanto prejudicada devido às condições particulares do tratamento térmico intercrítico. Nesta situação o resfriamento é aplicado a partir de um equilíbrio de duas fases, ferrita e austenita, em temperaturas mais baixas, enquanto que os diagramas são construídos para desenvolvimentos de microestruturas nucleadas a partir de temperaturas de austenitização completas.

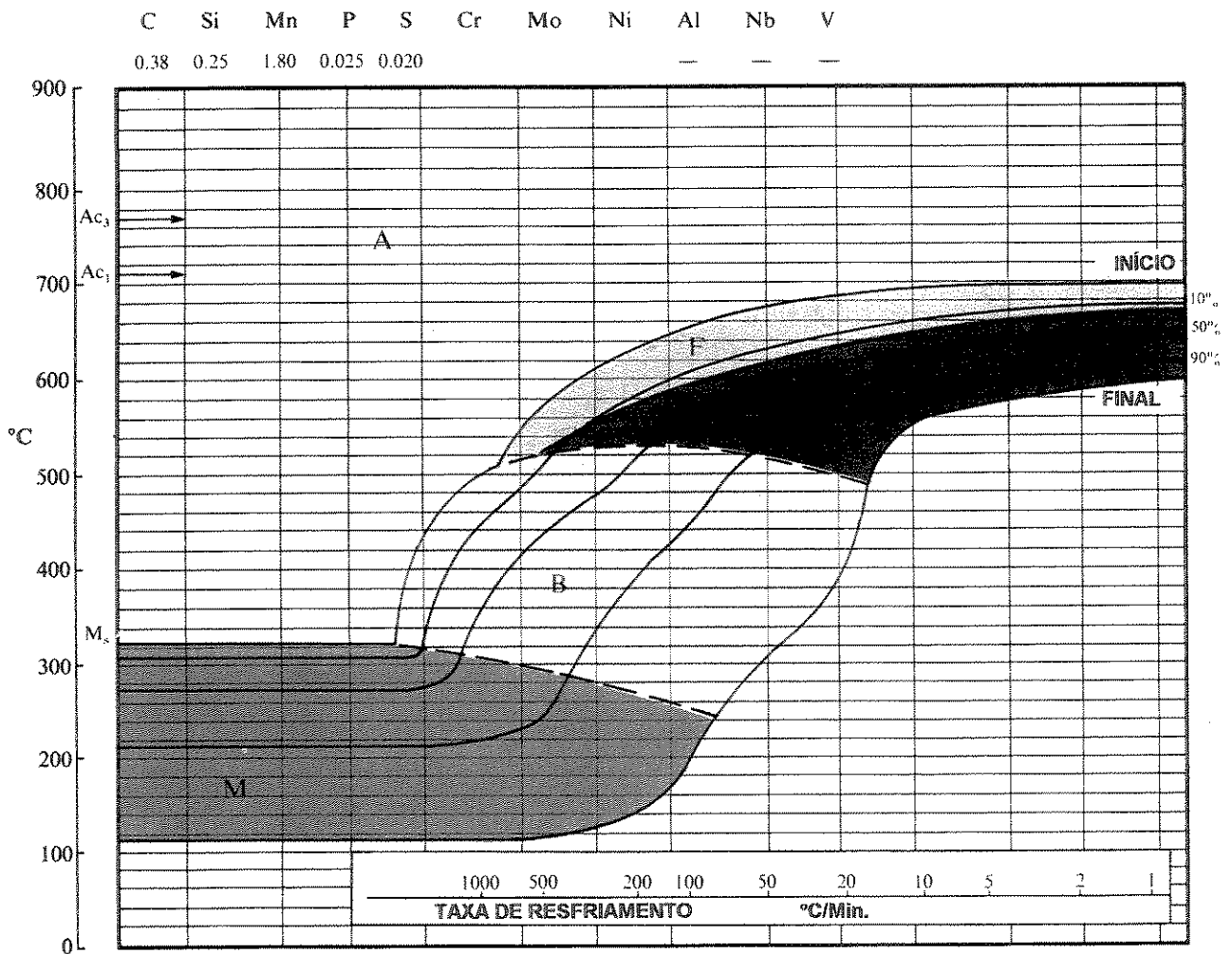


Figura 4.16 -Diagrama de resfriamento contínuo do aço 0,38 % C, 0,25 %Si, 1,80 %Mn [149].

Considerando então, a alta temperabilidade da austenita devido ao enriquecimento de carbono na temperatura de tratamento térmico intercrítico e o aspecto morfológico das figuras 4.12 e 4.13 pode-se afirmar que as amostras resfriadas a 16 e 23 °C/s a partir de 770 °C, apresentaram microestruturas constituídas de ferrita, martensita e constituinte MA. A amostra

resfriada a 50 °C/s apresentou microestrutura constituída de ferrita e martensita devido a elevada taxa de resfriamento utilizada. Verificou-se porém, entre as amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico, diferenças de fração volumétrica da martensita. Essas diferenças estão relacionadas com o mecanismo de transformação da fase austenítica durante o resfriamento. A fração volumétrica da martensita foi tanto menor quanto menor a taxa de resfriamento, indicando que, com o aumento do tempo de resfriamento, uma quantidade maior de austenita se transformou em ferrita. A figura 4.17 mostra, com aumento menor as microestruturas obtidas nas diversas taxas de resfriamento a partir da região intercrítica a 770 °C, onde estão relacionadas, de forma resumida, a composição microestrutural de cada situação.

Em complemento a este estudo foi obtida uma microestrutura adicional que foi aquecida a 920 °C por 40 minutos, e em seguida submetida ao tratamento térmico intercrítico em uma temperatura mais baixa que as situações descritas anteriormente, e resfriada a 16 ° C/s. Neste caso a temperatura selecionada foi de 710 °C, logo acima de A_{r1} . Com esta temperatura, também obtém-se um equilíbrio de ferrita e austenita, porém com algumas diferenças em relação às situações anteriores, pois nesse caso a fração volumétrica da austenita é menor e o teor de carbono atinge valores próximos do eutetóide. A microestrutura obtida mostrada na figura 4.18, é constituída de ferrita, martensita e constituinte MA.

Uma outra técnica utilizada como auxiliar para a identificação das fases das amostras obtidas por este trabalho foi o ataque utilizando o reagente de LEPERA [98]. Este reagente tem sido utilizado para otimizar a visualização de microestruturas de composição complexa promovendo uma diferenciação entre ferrita, bainita e martensita. O reagente de LEPERA consiste basicamente na mistura de uma solução de ácido pícrico com uma solução aquosa de metabissulfito de sódio. Esse ataque revela a ferrita com tonalidade marrom, a bainita preta e as colônias de martensita brancas, sendo que na maioria dos casos os contornos de grãos não são fortemente atacados. A figura 4.19 mostra uma micrografia da amostra 920 °C - 16° C/s atacada com o reagente de LEPERA, sendo que nesse caso foi possível identificar com clareza a composição microestrutural desta amostra, onde a ferrita aparece marrom, a bainita escura e a fase constituinte MA não foi atacada, portanto, com cor branca. As outras condições metalúrgicas pesquisadas por este trabalho também foram atacadas utilizando o reagente de

LEPERA. No entanto, para estas condições este ataque não apresentou reprodutividade de resultados, sendo então desconsiderados na análise dos resultados.

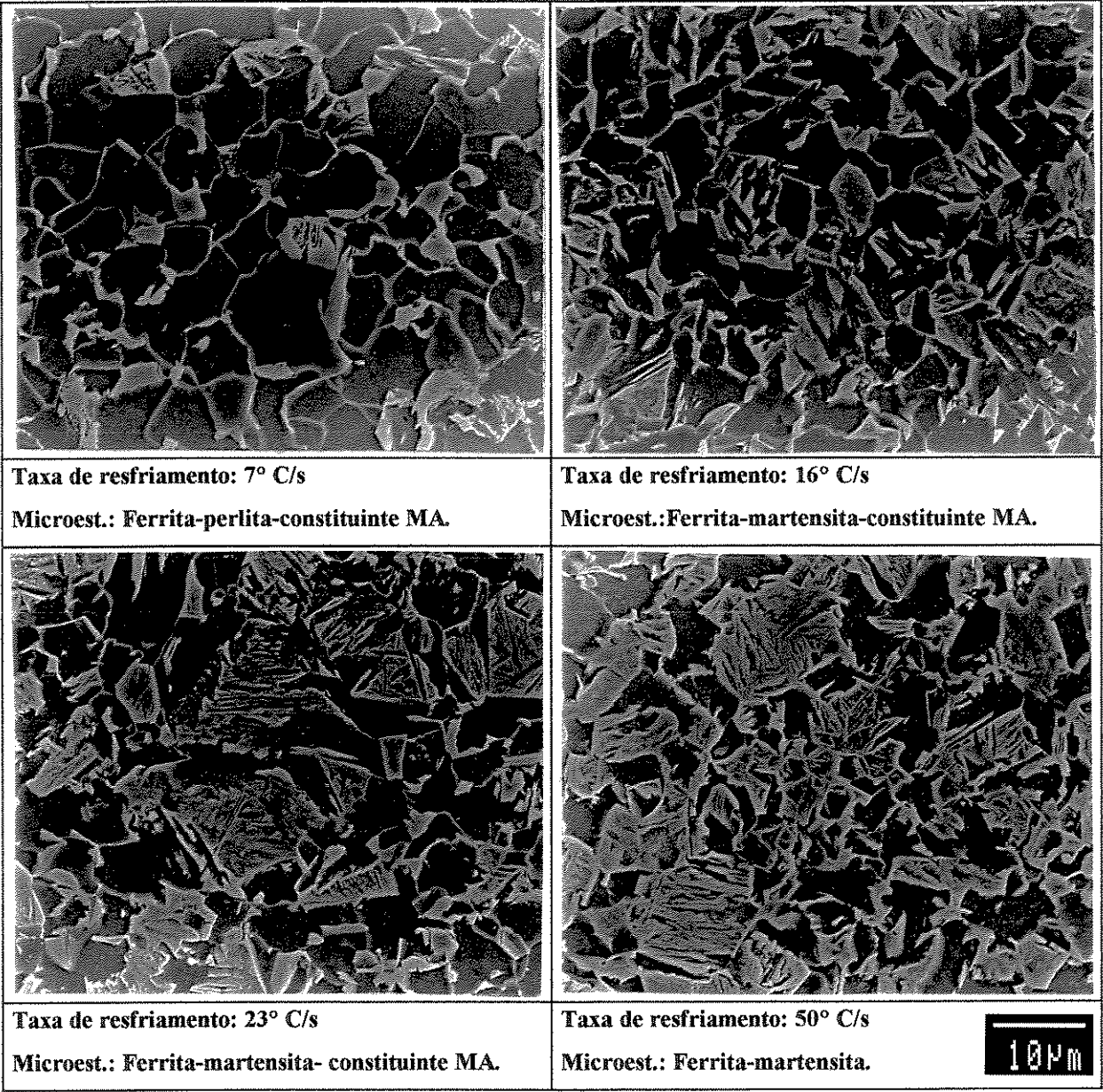


Figura 4.17 - Síntese das microestruturas obtidas pelo aço API 5L X65, austenitizado a 920 °C/s por 40 minutos , resfriado a 770 °C, mantido por 40 minutos e resfriado em diferentes taxas. Microscopia eletrônica de varredura. Ataque nital 2%.

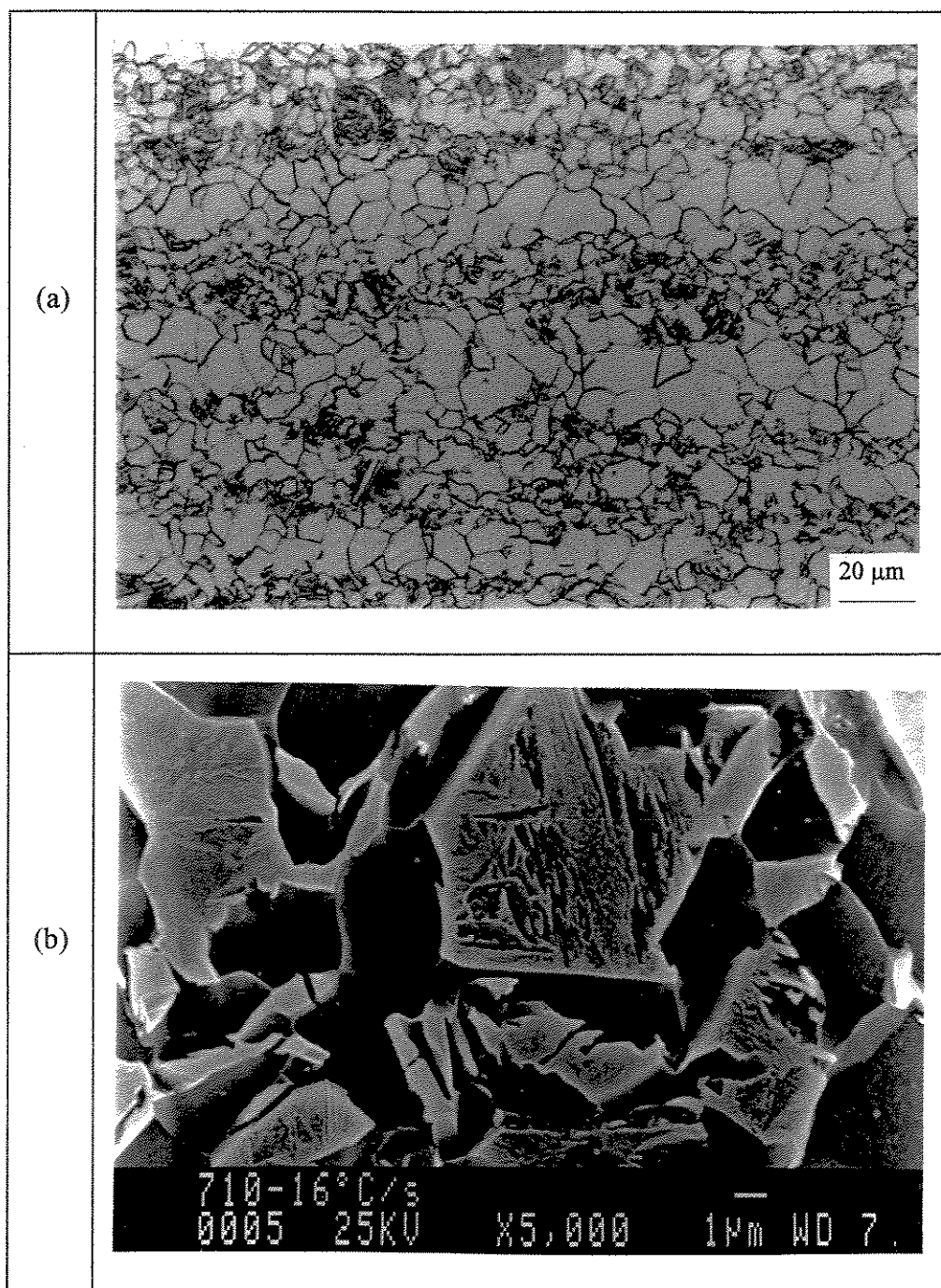


Figura 4.18- Microestrutura do aço API 5L X65 austenitizado a 920 °C por 40 minutos, resfriado até 710 °C e mantido por 40 minuto seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 16 °C/s. Ataque: nital 2%. (a) microscopia ótica; (b) microscopia eletrônica de varredura.

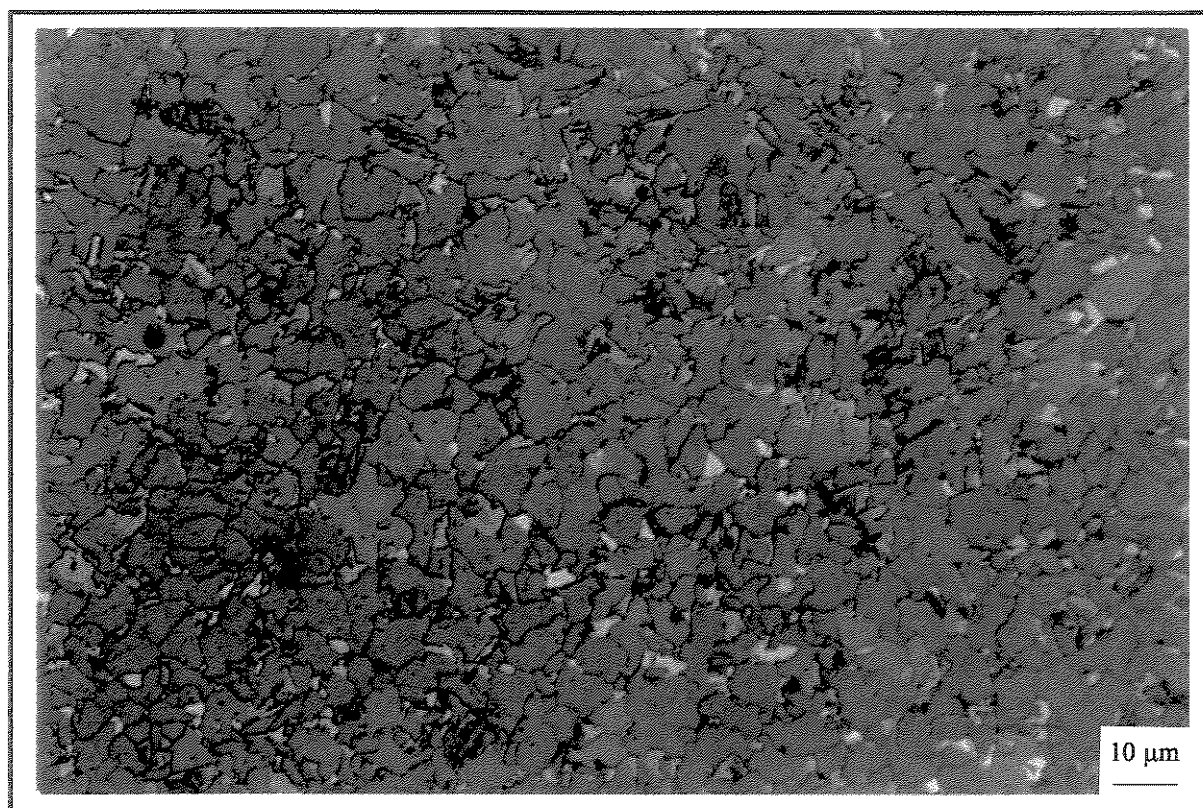


Figura 4.19 - Microestrutura do aço API 5L X65 após austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento até a temperatura ambiente a uma taxa de 16 °C/s, atacado com o reagente de LEPERA [98]. É possível identificar com clareza a presença de três fases, onde a ferrita aparece com tonalidade marrom, a bainita escura e a fase constituinte MA com cor branca.

4.1.2 - Fração Volumétrica das fases

Além das diferenças obtidas entre as diversas microestruturas com relação à morfologia, obteve-se também variações microestruturais no que se refere à frações volumétricas das fases, principalmente nas amostras que foram resfriadas a partir da região intercrítica. A análise da tabela 4.2 indica que as amostras submetidas a diferentes taxas de resfriamento a partir de 920 °C, apresentaram fração volumétrica de ferrita bastante próximas, com exceção das amostras resfriadas a 50 °C/s que apresentou microestrutura quase inteiramente composta de martensita.

Tabela 4.2 - Fração volumétrica das fases obtidas para as diversas condições microestruturais obtidas pelo aço API 5L X65.

Condição	Ferrita (%)		Perlita (%)		Bainita (%)		Martensita (%)		Constituinte MA (%)	
	Média	$\bar{\sigma}$	Média	$\bar{\sigma}$	Média	$\bar{\sigma}$	Média	$\bar{\sigma}$	Média	$\bar{\sigma}$
CF	82	2	18	2	#	#	#	#	#	#
920-7 °C/s	82	3	3,2	2,7	#	#	#	#	14,8	2,7
920-16 °C/s	80	4	#	#	12,4	2,3	#	#	7,6	2,3
920-23 °C/s	80	3	#	#	15,1	1,9	#	#	4,9	1,9
920-50 °C/s	10	3	#	#	#	#	90	3	#	#
A-370	88	3	#	#	10,1	1,2	#	#	1,9	1,2
770-7 °C/s	81	4	8,3	2,2	#	#	#	#	10,7	2,2
770-16 °C/s	73	4	#	#	#	#	21,1	2,8	5,9	2,8
770-23 °C/s	62	4	#	#	#	#	31,8	1,8	4,2	1,8
770-50 °C/s	55	6	#	#	#	#	45	6	#	#
710-16 °C/s	83	3	#	#	#	#	13,8	1,7	3,2	1,7

As diferenças de fração volumétrica de ferrita estiveram mais acentuadas nas amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico. Nesse caso, havia previamente a 770 °C um equilíbrio entre ferrita e austenita, sendo que após o resfriamento na temperatura ambiente, pode-se verificar que a fração volumétrica da ferrita aumentou com a diminuição da taxa de resfriamento, indicando que às taxas mais baixas de resfriamento possibilitaram um tempo maior para a transformação da austenita.

Pode-se verificar também uma pequena tendência de diminuição da fração volumétrica da fase constituinte MA com o aumento da taxa de resfriamento. Nesse caso, o que provavelmente ocorreu foi que, devido a velocidades de resfriamento mais altas, uma maior porcentagem de austenita tenha se transformado em martensita. Com relação à microestrutura ferrítica-bainítica da condição A370, verificou-se a maior fração volumétrica de ferrita entre todas as amostras pesquisadas.

Já a amostra resfriada a partir de 710°C a 16°C/s apresentou fração volumétrica de ferrita maior quando comparada com a situação resfriada a partir de 770 °C com a mesma taxa de resfriamento. Essa verificação está de acordo com os resultados obtidos por diversos estudos sobre têmpera intercrítica, que apresentam aumento da fração volumétrica da ferrita com diminuição da temperatura de tratamento térmico, que pode ser confirmado, também, pela regra da alavanca para composição de fases do diagrama de equilíbrio ferro-carbono [150].

4.1.3 - Microdureza das Fases

A microdureza das fases foi medida nas diversas microestruturas e os resultados apresentaram variações em função das taxas de resfriamento utilizadas. Nas medições realizadas foi convencionado, para efeito de microdureza, a presença de apenas duas fases; a fase ferrítica, que é a fase clara quando atacada com nital e observada por microscopia ótica e a segunda fase, onde considerou-se todas as regiões escurecidas pelo ataque por nital 2%. Esta consideração foi feita uma vez que através da análise por microscopia ótica é praticamente impossível, na maioria das vezes, distinguir as diferenças entre as fases escurecidas pelo nital.

É importante lembrar, também, que as fases que aparecem em pequenas frações volumétricas como a fase constituinte MA, apresentam tamanho médio de grão inferior a 3 μm e, normalmente, se encontram agrupadas com outros microconstituintes, como a martensita, perlita ou bainita, de modo que a medida de microdureza obtida, denominada como microdureza da segunda fase, representa um valor de dureza médio deste conglomerado. A microdureza da ferrita da amostra 920-50°C/s e da bainita da amostra A-370 não foram medidas. Nesses dois casos observou-se que, devido ao pequeno tamanho da estrutura bainítica da amostra A -370 e a baixa fração volumétrica da ferrita da condição 920-50°C/s, as impressões ultrapassaram o tamanho da fase, não sendo possível a determinação da microdureza.

Através da análise das figuras 4.20 e 4.21 e da tabela 4.3 pode-se verificar inicialmente, que a microdureza da ferrita não apresentou diferenças muito significativas com a variação da taxa de resfriamento, embora tenha-se verificado uma tendência de crescimento que acompanhou o aumento da dureza da segunda fase. Na maioria das condições de resfriamento, com exceção das amostras 920 - 23°C/s e 770 - 50°C/s, os valores de dureza da ferrita foram inferiores aos valores obtidos para o aço no estado como-fornecido. Esse estado de maior endurecimento da ferrita, na condição como fornecida, está associado ao processamento do material. Os sucessivos passes da laminação controlada normalmente são dimensionados para que não haja tempo suficiente para a completa recristalização da microestrutura. Com isso, obtém-se uma microestrutura deformada com a ferrita apresentando alta densidade de discordâncias e, portanto, maior dureza. O decréscimo de microdureza da ferrita das amostras submetidas aos tratamentos térmicos, está associado ao alívio das tensões induzidas na ferrita pelo processo de laminação.

Tabela 4.3 - Microdureza das fases para as diversas condições microestruturais obtidas pelo aço API 5L X65 neste trabalho (HV).

Condição	Ferrita		Segunda Fase	
	Média	$\bar{\sigma}$	Média	$\bar{\sigma}$
CF	229	16	#	#
920 - 7°C/s	194	15	292	28
920 - 16°C/s	199	11	349	30
920 - 23°C/s	238	13	381	39
920 - 50°C/s	#	#	396	41
A - 370	179	15	#	#
770 - 7°C/s	179	14	298	18
770 - 16°C/s	224	20	349	34
770 - 23°C/s	210	15	363	38
770 - 50°C/s	249	27	453	37
710 - 16°C/s	173	14	469	42

Já a amostra que foi submetida ao tratamento térmico intercrítico e resfriado a 50 °C/s apresentou o maior valor de dureza da ferrita entre as diversas situações pesquisadas. Este acréscimo pode ser atribuído a dois fatores. Inicialmente pode-se considerar que a solubilidade máxima de carbono na ferrita à temperatura ambiente é em torno de 0,008% e passa para cerca de 0,02% a 770°C. Com o resfriamento, certamente houve uma presença maior de carbono na ferrita que contribuiu para o aumento de dureza. Por outro lado, já é conhecido pela descrição de diversos pesquisadores [151-153], que a transformação da austenita em martensita é caracterizada por apresentar uma expansão volumétrica, que gera tensões de compressão e, conseqüentemente, aumento da densidade de discordâncias na ferrita sendo, provavelmente, este o fator de maior importância para o acréscimo de dureza da condição 770 - 50°C/s.

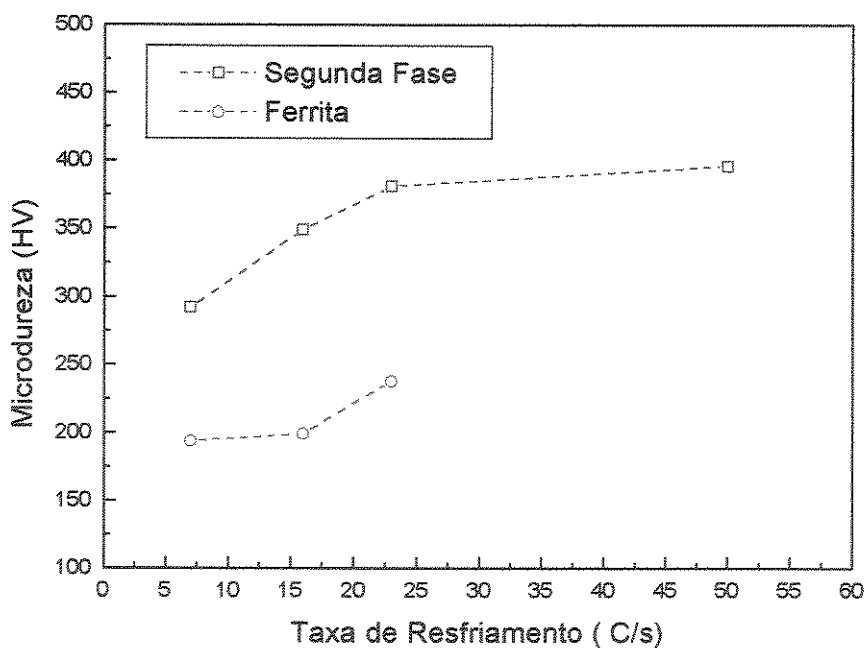


Figura 4.20 - Microdureza das fases das amostras aquecidas a 920 °C por 40 minutos em função da taxa de resfriamento.

De forma geral a microdureza da segunda fase apresentou aumento crescente com o aumento da velocidade de resfriamento, devido ao aumento da fração volumétrica de fases mais resistentes, como a martensita e a bainita. No caso das amostras submetidas ao resfriamento forçado, a partir de 920 °C, houve um aumento da microdureza da segunda fase até a taxa de 23 °C/s, devido ao aumento da fração volumétrica de bainita, sendo que, na amostra resfriada a 50 °C/s, onde havia a predominância de martensita não houve acréscimo significativo de microdureza, mesmo porque, nessa situação, a martensita apresenta pequeno teor de carbono e, portanto, pequeno endurecimento, como se observa na figura 4.20.

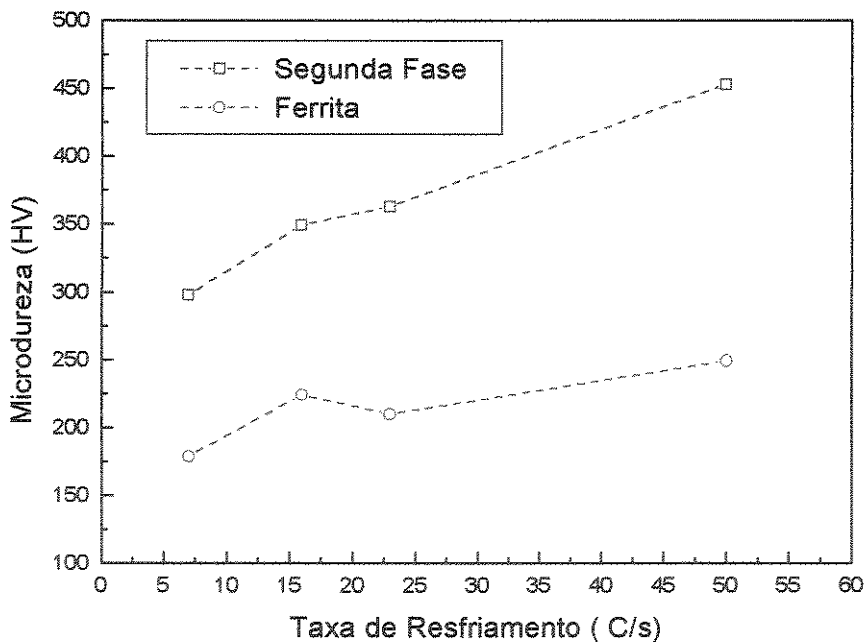


Figura 4.21 - Microdureza das fases das amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico a 770 °C em função da taxa de resfriamento.

A microdureza da segunda fase, obtida pela amostra submetida ao tratamento térmico intercrítico a 710 °C e resfriada a 16 °C/s, apresentou o maior valor de microdureza entre todas as amostras pesquisadas, como pode ser observado na tabela 4.3. Este alto valor de

dureza foi obtido devido, como relatado anteriormente, ao alto teor de carbono da martensita desta condição. O aumento do teor de carbono na martensita provoca uma maior distorção do reticulado e, portanto, uma maior dureza.

4.1.4 - Tamanho de grão

As figuras 4.22 e 4.23 mostram as micrografias das microestruturas obtidas com o mesmo aumento onde pode-se observar que não houve crescimento de grão excessivo da ferrita como decorrência dos tratamentos térmicos. É interessante verificar, entretanto, que as amostras submetidas ao resfriamento forçado a partir de 920 °C e resfriadas a 16, 23 e 50 °C/s , inclusive a amostra austemperada a 370 °C, apresentaram estruturas mais refinadas quando comparadas com o aço no estado como-fornecido. Esse refino de grão pode ser bastante interessante uma vez que existe uma expectativa, sobretudo quando se toma como base a equação de HALL-PETCH [14] que ocorra um aumento das propriedades mecânicas com a diminuição do tamanho de grão, para sistemas metálicos simples, como é o caso do aço utilizado neste trabalho. Em sistemas metálicos complexos, como por exemplo o aço 300M temperado e revenido, a influência de outros parâmetros microestruturais pode mascarar a influência do tamanho de grão [15].

As diversas teorias que relacionam o tamanho de grão com as propriedades mecânicas indicam que as microestruturas mais refinadas apresentam também um número superior de contornos de grãos. Os contornos de grão agem como barreiras ao movimento das discordâncias. Assim, muito embora seja comum fazer-se referência ao tamanho de grão, é o contorno de grão o característico microestrutural que influi efetivamente no comportamento mecânico. Entretanto, entende-se que seja pertinente referir-se apenas ao tamanho de grão, pois o efeito é decorrente. Metais de granulação fina contém mais contornos de grãos e, conseqüentemente, maior número de barreiras por unidade de volume [15,154].

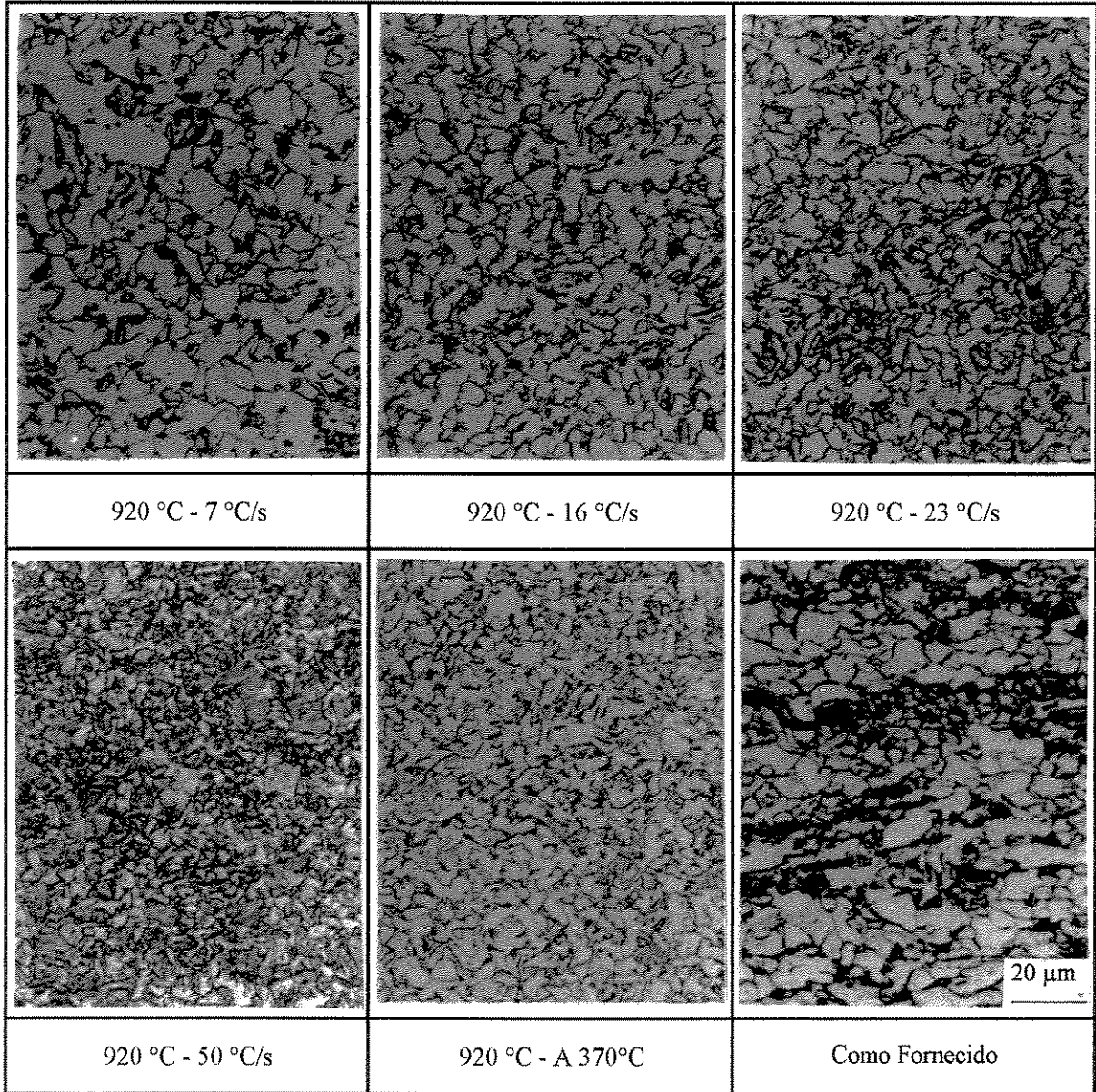


Figura 4.22 - Micrografias das amostras austenitizadas a 920 °C submetidas a diferentes taxas de resfriamento, obtidas com o mesmo aumento, mostrando que não houve crescimento de grão ferrítico quando comparadas com o mesmo aço no estado como fornecido. Ataque nital 2%.

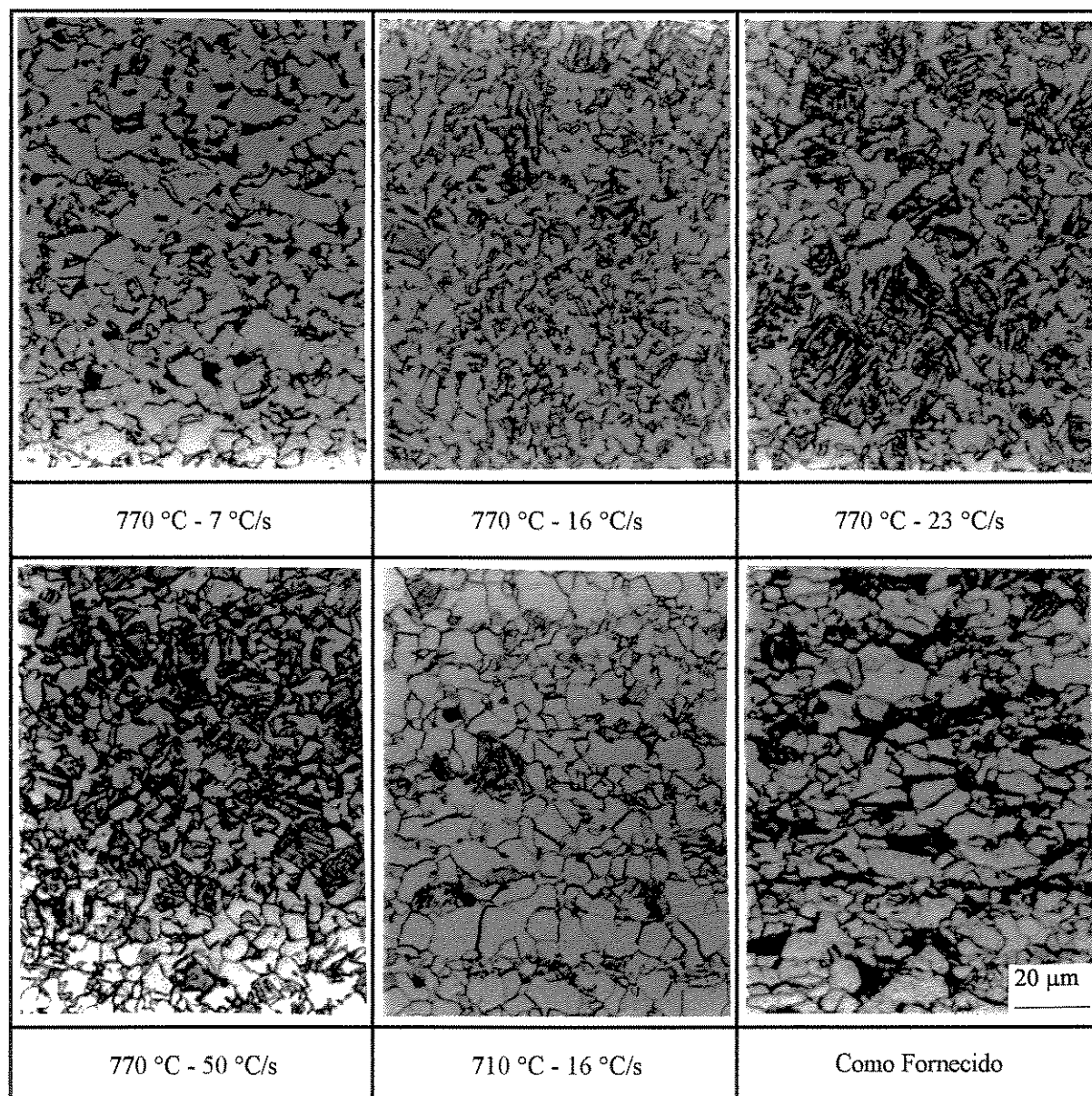


Figura 4.23. - Micrografias das amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico e submetidas a diferentes taxas de resfriamento, obtidas com o mesmo aumento, mostrando que não houve crescimento de grão ferrítico quando comparadas com o mesmo aço no estado como fornecido. Ataque nital 2%.

4.2 - Propriedades Mecânicas

4.2.1 - Análise dos resultados de dureza Vickers.

A tabela 4.4 e as figuras 4.24 e 4.25 mostram os resultados da dureza Vickers do material nas diversas condições metalúrgicas estudadas do aço API 5L X65. O ensaio foi conduzido realizando-se dez impressões para cada condição analisada e utilizando-se uma carga de 15 kgf. O material no estado como-fornecido, apresentou uma dureza de 211 Vickers com desvio padrão de 5 pontos. Os resultados obtidos para os valores de dureza das amostras submetidas ao resfriamento forçado estiveram abaixo dos valores obtidos para o aço no estado como fornecido, com exceção das amostras 920 - 50 °C/s e 710 - 16 °C/s. A condição como-fornecida apresentou maior dureza que as demais amostras devido, provavelmente, às deformações induzidas pelo processo de laminação.

Tabela 4.4 - Resultados dos valores obtidos de dureza Vickers para o aço API 5L X65, nas diversas condições metalúrgicas estudadas.

Condição	CF	920				770				710	A370
Taxa de res. (°C/s)	#	7	16	23	50	7	16	23	50	16	50
Média (HV)	211	161	177	186	247	157	178	209	210	226	202
Desvio padrão	5	5	4	6	11	5	6	10	9	11	2

Esses resultados de dureza Vickers obtidos estão de acordo com os valores obtidos por PINTO [87] que também obteve valores de dureza mais elevados para o aço API 5L X65 no estado como-fornecido quando comparados a amostras submetidas a tratamentos térmicos intercríticos seguido de resfriamento forçado a 30 °C/s. Foi possível observar, a exemplo dos resultados obtidos por PINTO [87], que o valor de dureza Vickers não é um parâmetro muito sensível às variações microestruturais, principalmente quando se trabalha com microestruturas polifásicas que, devido a interações sinérgicas, conduzem a melhores combinações de propriedades mecânicas que nem sempre são detectadas por esse ensaio. No entanto pode-se verificar uma tendência de aumento de dureza que acompanhou o aumento da taxa de

resfriamento, principalmente nas amostras submetidas a austenitização a 920 °C, seguido de resfriamento forçado.

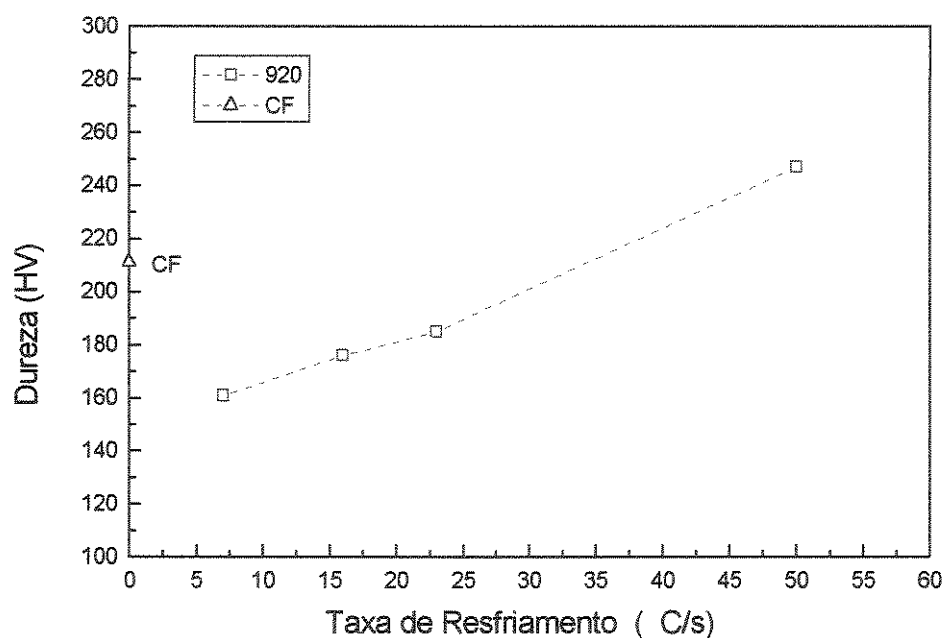


Figura 4.24 - Variação da dureza Vickers do aço API 5L X65, austenitizado a 920 °C por 40 minutos em função da taxa de resfriamento.

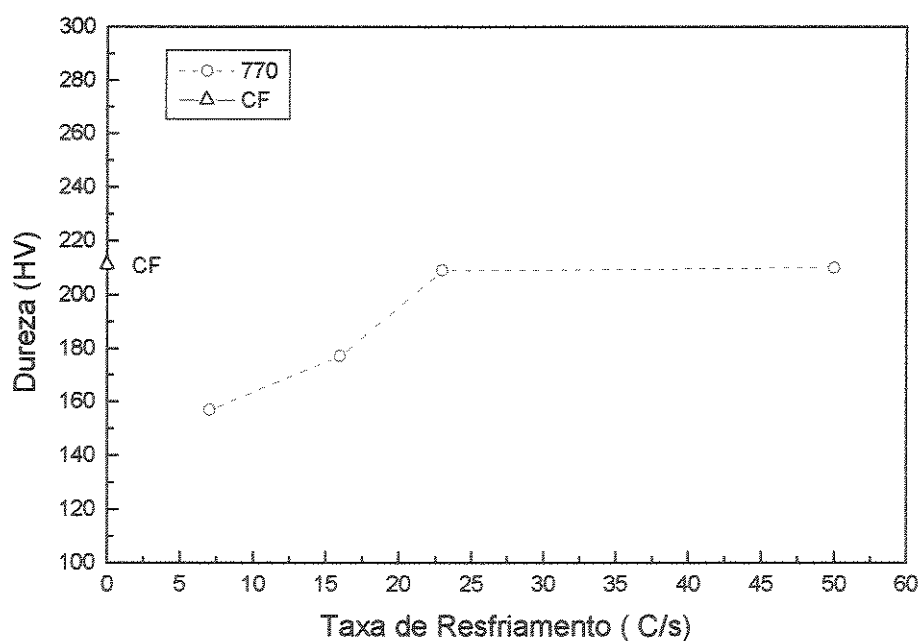


Figura 4.25 - Variação da dureza Vickers do aço API 5L X65, submetido ao tratamento térmico intercrítico a 770 °C em função da taxa de resfriamento.

4.2.2 - Análise dos resultados dos ensaios de tração

Os resultados dos ensaios de tração apresentados na tabela 4.5 permitem observar, inicialmente, que os resultados obtidos de resistência mecânica do aço no estado como-fornecido estão atendendo os valores mínimos especificados pela norma API 5L [130] para a classificação X65 ($\sigma_e \geq 448$ MPa, $\sigma_t \geq 530$ MPa). Pode-se verificar inclusive, que os valores obtidos para o limite de escoamento e o limite de resistência a tração do aço no estado como-fornecido, estão cerca de 16% acima do mínimo estabelecido. Quanto às demais amostras que foram submetidas às diferentes taxas de resfriamento, todas atenderam o valor mínimo estabelecido para o limite de resistência a tração. No entanto, apenas as amostras 920 °C - 50 °C/s, 770 °C - 23 °C/s, 770 °C - 50 °C/s e a A - 370°C - 50 °C/s atenderam o valor especificado para o limite de escoamento. Embora essas amostras tenham atendido os requisitos especificados pela norma e tenham apresentado resistência mecânica superior ao aço no estado como fornecido, é precipitado julgar que essas condições sejam consideradas mais eficientes em relação às diversas condições metalúrgicas analisadas. A otimização de uma liga metálica estrutural se dá, principalmente, quando se consegue melhores combinações entre resistência mecânica e tenacidade à fratura [155].

Outro fator que deve ser considerado é que, todas as amostras pesquisadas, com exceção da situação austemperada a 370 °C (A - 370°C - 50 °C/s) e da condição no estado como fornecido, não apresentaram patamar de escoamento definido na curva tensão-deformação, obtida no ensaio de tração, o que é uma ocorrência comum em aços microligados com microestruturas bifásicas ou microestruturas multiconstituídas [96,148,156,157]. A ausência do patamar de escoamento se dá devido a introdução de discordâncias de alta mobilidade na ferrita, durante a transformação da austenita em fases mais resistentes, no resfriamento [70]. É importante verificar que o limite de escoamento das amostras que não apresentaram descontinuidade na curva tensão-deformação, obtida no ensaio de tração, foi baixo quando comparado com o limite de resistência a tração. Apesar da redução dos valores do limite de escoamento estarem associados a alta mobilidade de discordâncias na ferrita, essa redução pode ser

atribuída também à forma de cálculo do limite de escoamento tendo-se como base o critério de 0,2% de deformação plástica, uma vez que todas as amostras com exceção das condições resfriadas a 7 °C/s (920 °C - 7 °C/s e 770 °C - 7 °C/s) apresentaram valores bem mais elevados de limite de resistência à tração quando comparadas à situação como-fornecida.

Tabela 4.5 - Resultados obtidos pelo ensaio de tração para o aço API 5L X65 nas diversas condições metalúrgicas estudadas.

Condição	σ_e		$\sigma_{e0,2}$ (MPa)		σ_t (MPa)		A (%)		(σ_e / σ_t)
	Média	$\bar{\sigma}$	Média	$\bar{\sigma}$	Média	$\bar{\sigma}$	Média	$\bar{\sigma}$	#
CF	523	2	#	#	620	2	26	1	0,85
920 °C - 7 °C/s	#	#	324	4	590	10	28	1	0,55
920 °C - 16 °C/s	#	#	362	16	648	5	27	3	0,56
920 °C - 23 °C/s	#	#	392	10	670	3	24	3	0,59
920 °C - 50 °C/s	#	#	667	50	972	68	16	1	0,69
770 °C - 7 °C/s	#	#	297	3	567	7	29	1	0,52
770 °C - 16 °C/s	#	#	343	16	679	5	28	3	0,51
770 °C - 23 °C/s	#	#	464	28	783	28	22	2	0,59
770 °C - 50 °C/s	#	#	516	22	882	19	21	1	0,58
710 °C - 16 °C/s	#	#	322	4	669	8	25	2	0,48
A - 370°C - 50 °C/s	535	2	#	#	641	3	26	1	0,83

Embora esta diferença de comportamento tenha dificultado uma melhor comparação com o aço no estado como-fornecido, os baixos valores obtidos para o limite de escoamento e as reduzidas relações para a razão de escoamento (σ_e/σ_t), entre 0,48 e 0,69, indicam a possibilidade de utilização do material nessas condições microestruturais, em várias aplicações. Principalmente em peças para a indústria automobilística como no caso de aro de rodas, componentes estruturais e aplicações em demais processos que envolvem deformações a frio, onde se requer baixos limites de escoamento, alta resistência mecânica e boa ductilidade. Os valores obtidos para a razão de escoamento foram inferiores aos resultados de KUMAR e BASU [158] que obtiveram razão de escoamento na faixa de 0,66 a 0,75 para um aço manganês microligado e com microestrutura bifásica. Quanto menor a

razão de escoamento maior será a capacidade do material adquirir resistência mecânica após um trabalho de conformação.

As figuras 4.26 e 4.27 mostram a variação do limite de escoamento e do limite de resistência à tração em função da taxa de resfriamento. Através desses gráficos pode-se verificar inicialmente que as amostras resfriadas a 7°C/s apresentaram limite de escoamento e limite de resistência à tração inferiores quando comparados ao aço no estado como fornecido. Entretanto, verificou-se um aumento de resistência mecânica que acompanhou a elevação da taxa de resfriamento. É interessante verificar que as amostras submetidas às taxas de 7 e 16°C/s apresentaram pequena diferença de resistência mecânica em função da rota de tratamento térmico. Essa diferença se tornou mais acentuada quando o material foi resfriado em taxas de 23 e 50°C/s , apresentando tanto no limite de escoamento quanto para o limite de resistência à tração uma inversão de comportamento mecânico indicada pelo cruzamento das linhas das figuras 4.26 e 4.27. Esse comportamento está relacionado com a fração volumétrica da segunda fase, uma vez que o aumento da resistência mecânica, acompanhou o aumento da fração volumétrica de microconstituintes mais resistentes como a bainita, martensita e constituintes MA. As amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico e resfriadas a 23°C/s apresentaram fração volumétrica da segunda fase de aproximadamente 38% enquanto a amostra $920^{\circ}\text{C}-23^{\circ}\text{C/s}$, apresentou apenas 20 % em volume de fases mais resistentes, o que fez com que as amostras que foram submetidas ao tratamento térmico intercrítico e resfriada a 23°C/s apresentasse maior resistência mecânica. Para a taxa de resfriamento de 50°C/s essa situação se inverte, uma vez que a amostra $770^{\circ}\text{C}-50^{\circ}\text{C/s}$ apresenta fração volumétrica de 45 % de martensita, enquanto a amostra $920^{\circ}\text{C}-50^{\circ}\text{C/s}$ apresenta fração volumétrica de martensita de cerca de 90% e, conseqüentemente maior resistência mecânica.

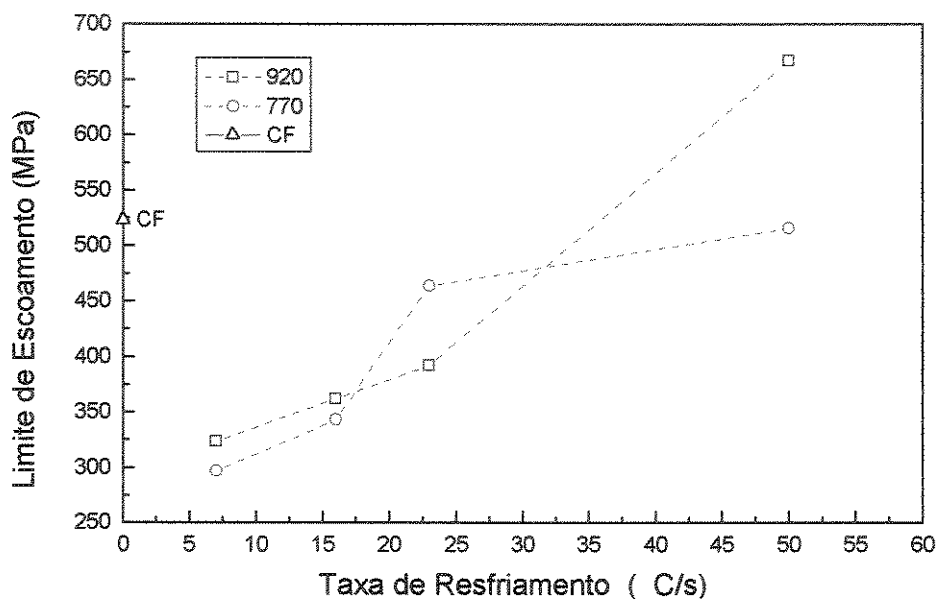


Figura 4.26 - Variação do limite de escoamento em função da taxa de resfriamento do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho.

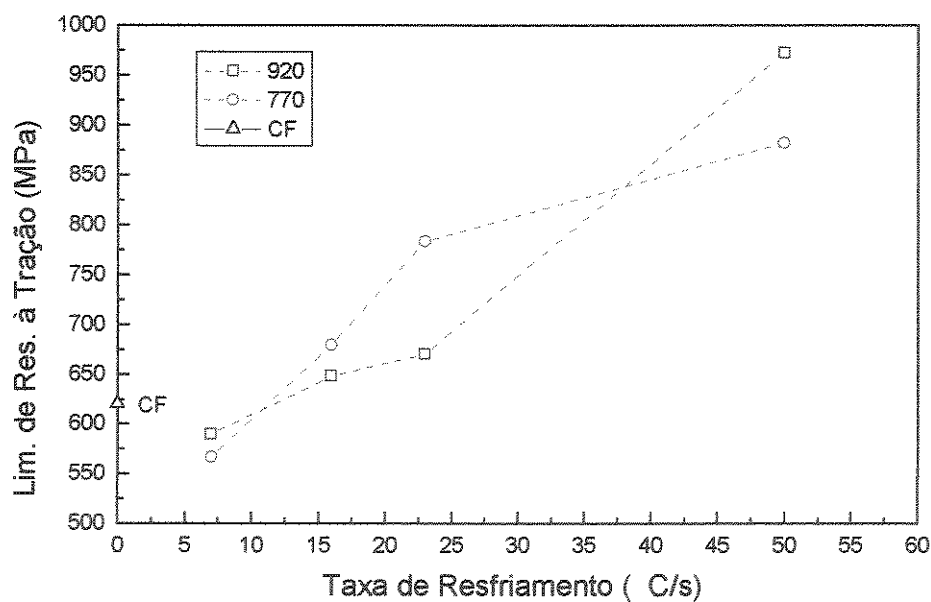


Figura 4.27 - Variação do limite de resistência à tração em função da taxa de resfriamento do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho.

A figura 4.28 mostra a variação da razão de escoamento (σ_e/σ_t) em função da taxa de resfriamento. Os resultados obtidos mostram que, para as amostras austenitizadas a 920 °C seguido de resfriamento forçado, houve um aumento da razão de escoamento que acompanhou o crescimento da taxa de resfriamento. Já os resultados das amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico, se apresentaram de forma imponderável, embora seja possível verificar de forma geral, para ambas situações, que as amostras que foram submetidas a velocidades mais baixas de resfriamento apresentaram menor razão de escoamento o que possibilita a utilização dessas situações em processos de estampagem ou conformação.

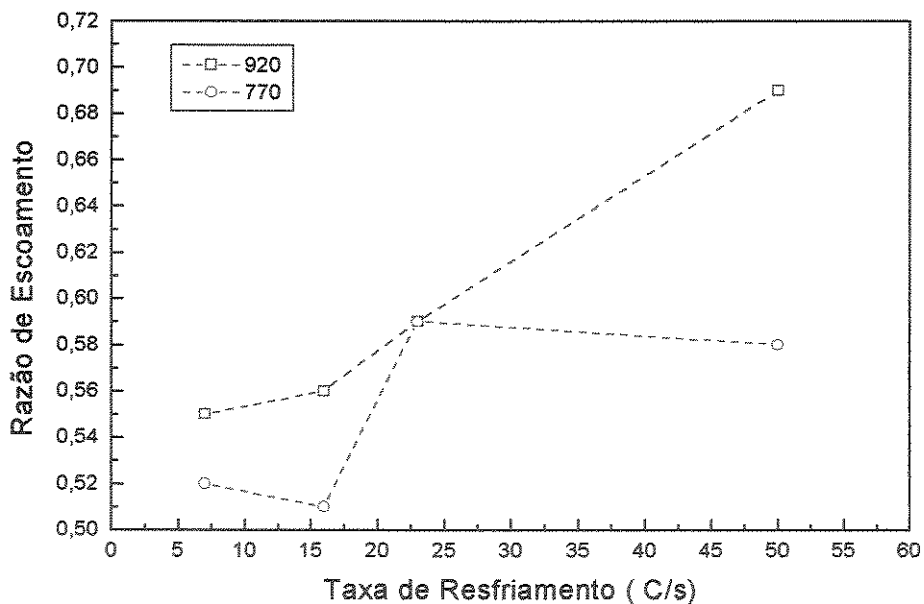


Figura 4.28 - Variação da razão de escoamento (σ_e/σ_t) em função da taxa de resfriamento do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho.

Os resultados obtidos para o alongamento, ilustrados pela figura 4.29, mostram que as amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico apresentaram alongamento ligeiramente maior do que as amostras austenitizadas a 920 °C seguido de resfriamento forçado, com exceção da amostra 770°C-23°C/s, que apresentou menor alongamento devido à sua maior resistência mecânica. As amostras 710°C-16°C/s e A-370°C-50°C/s apresentaram níveis de alongamento semelhantes ao aço no estado como-fornecido.

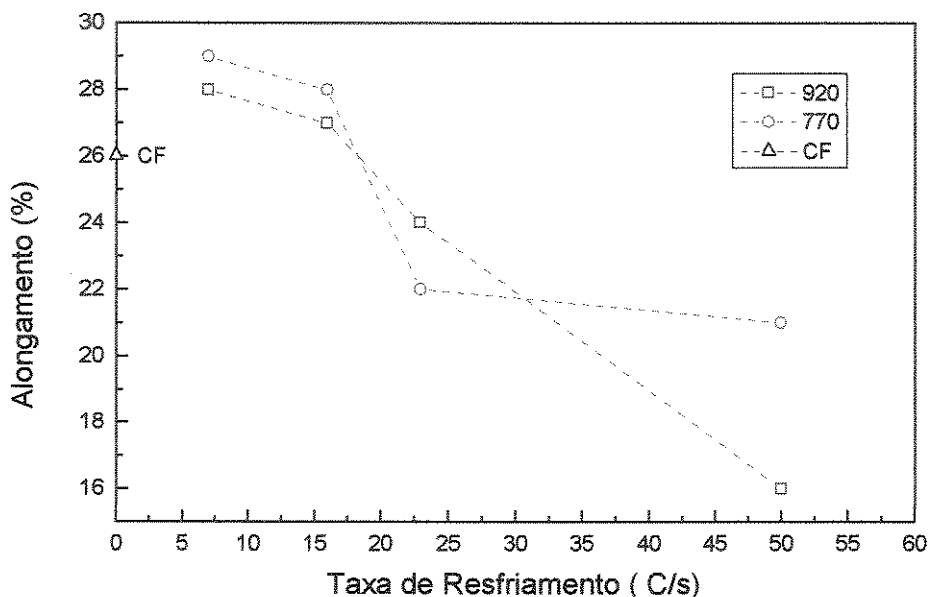


Figura 4.29- Variação do alongamento (A%) em função da taxa de resfriamento do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho.

4.2.3 - Análise dos resultados dos ensaios de CTOD

A tabela 4.6 mostra os resultados obtidos pelos ensaios de tenacidade à fratura, e a figura 4.30 mostra a variação dos valores de CTOD em função da taxa de resfriamento, onde pode-se fazer uma análise comparativa entre o tratamento térmico intercrítico e a austenitização completa. A primeira observação que pode ser feita é que, a exemplo das propriedades obtidas pelo ensaio de tração, houve um cruzamento entre as linhas que relacionam ao valor do CTOD com a taxa de resfriamento para as rotas de tratamento térmico utilizadas. É possível verificar que com a aplicação do tratamento térmico intercrítico seguido de resfriamento a 7 °C/s foi atingido o maior nível de tenacidade à fratura entre as diversas condições pesquisadas. Com o aumento da taxa de resfriamento houve uma queda acentuada dos níveis de tenacidade à fratura. Já as amostras resfriadas a partir de austenitização a 920 °C apresentaram um comportamento interessante com manutenção dos níveis de tenacidade

até a taxa de resfriamento de 23 °C/s, seguido de queda quando o resfriamento foi realizado a 50 °C/s. Esse comportamento certamente está associado à fração volumétrica das fases. As amostras que foram resfriadas a 7 °C/s apresentaram valores elevados de CTOD devido a presença de fases mais dúcteis como a perlita e a ferrita. Nas situações onde houve a presença de bainita verificou-se a manutenção dos níveis de tenacidade à fratura. Nas amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico houve queda de tenacidade que acompanhou o aumento da fração volumétrica da martensita.

Tabela 4.6 - Resultados dos valores obtidos pelo ensaio de tenacidade à fratura do tipo CTOD para o aço API 5L X65, nas diversas condições metalúrgicas estudadas.

Condição	CF	920				770				710	A370
Taxa de res. (°C/s)	#	7	16	23	50	7	16	23	50	16	50
δ_m (mm)	0,35	0,40	0,39	0,39	0,12	0,49	0,34	0,24	0,12	0,25	0,31
Desvio padrão	0,01	0,02	0,01	0,02	0,02	0,01	0,02	0,01	0,02	0,02	0,02

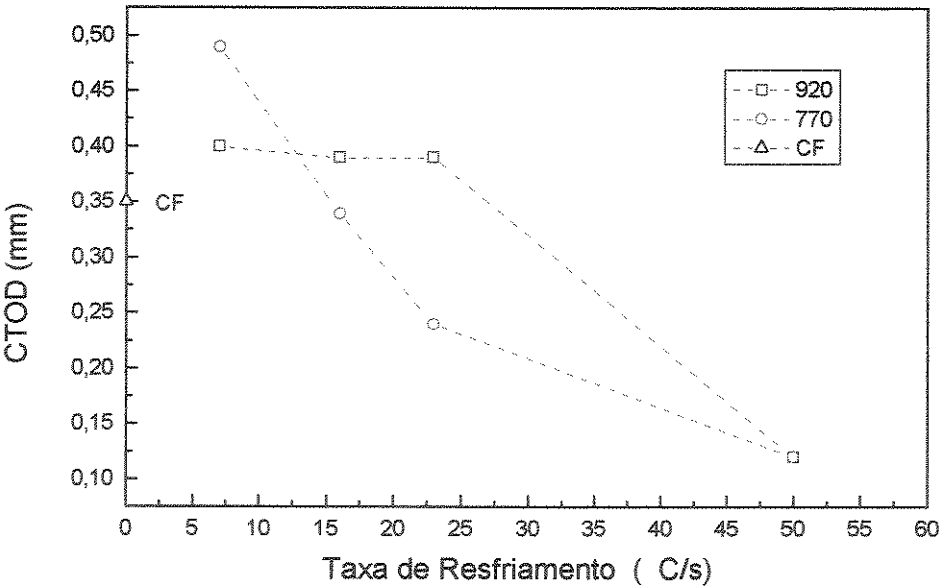


Figura 4.30- Variação do CTOD (δ_m) em função da taxa de resfriamento do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho.

Os resultados obtidos para os ensaios de tenacidade à fratura, de um certo modo, podem ser correlacionados com alguns parâmetros microestruturais como fração volumétrica das fases e principalmente com os resultados dos ensaios de tração. No item 4.2.4 será realizada uma análise comparativa entre as diversas condições metalúrgicas pesquisadas. De forma geral, pode-se dizer que os resultados de tenacidade à fratura, em determinadas situações, exibiram valores mais elevados que o aço no estado como fornecido, mostrando uma otimização de propriedades. A amostra submetida ao tratamento térmico intercrítico a 710 °C e resfriada a 16 °C/s (710 °C - 16 °C/s) e a amostra austemperada a 370°C e resfriada a 50 °C/s (A - 370°C - 50 °C/s) apresentaram resistência mecânica ligeiramente superior ao aço como-fornecido, porém, não conseguiram atingir os níveis de tenacidade do aço laminado.

4.2.4 - Comparação entre as diversas condições metalúrgicas do aço API 5L X65

Como já citado anteriormente, o objetivo do presente trabalho foi o de estudar o desenvolvimento de novas microestruturas de modo que fossem atingidas melhores combinações de propriedades mecânicas. De modo geral, o aumento de resistência mecânica nos aços é conseguido de forma relativamente simples, através de alterações de processamento, aumento das velocidades de resfriamento após a laminação ou pela utilização de tratamentos térmicos. Porém, a alta resistência mecânica deve estar associada a níveis adequados de tenacidade. Atualmente, já é bem conhecida a clássica relação inversa entre resistência mecânica e tenacidade esquematizada na figura 4.31, onde pode-se verificar, via de regra, que aumentos de resistência conduzem a uma diminuição de tenacidade. O grande desafio tecnológico, no desenvolvimento de aços de alta resistência, então, está em atingir aumentos simultâneos de resistência mecânica e tenacidade, que implica no deslocamento da curva esquematizada pela figura 4.31 para a direita [2,33]. Este efeito normalmente é conseguido com redução na quantidade de impurezas e alterações de composição química. O inconveniente é que com um processamento mais rigoroso e com o aumento das adições de elementos de liga, inevitavelmente, essas alterações levarão a um aumento do custo final da liga.

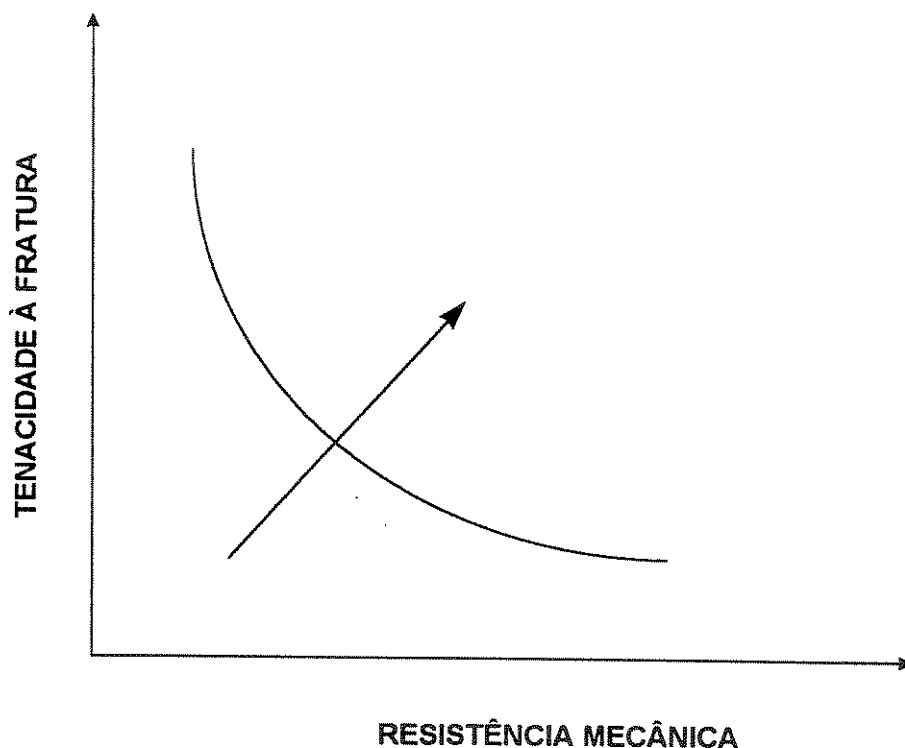


Figura 4.31 - Relação inversa entre resistência mecânica e tenacidade à fratura.

Através da análise das figuras 4.32 e 4.33 é possível fazer uma comparação entre as propriedades mecânicas obtidas pelo aço API 5L X65 nas diversas condições metalúrgicas pesquisadas, onde foi possível verificar, de forma mais clara, que algumas amostras tiveram melhores combinações de propriedades. A título de ilustração foram traçadas curvas pontilhadas representando a relação inversa entre resistência mecânica e tenacidade, mostrando que algumas situações apresentaram uma otimização em relação ao aço no estado como fornecido em decorrência da aplicação das rotas de tratamentos térmicos, combinadas com a aplicação de taxas de resfriamento adequadas. As figuras 4.32 e 4.33 mostram que as amostras austenitizadas a 920 °C e as amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico a 770 °C apresentaram melhor comportamento mecânico quando se aplicou o resfriamento nas taxas de 16 e 23 °C/s. Nesses casos foi possível notar que foi atendido o requisito ilustrado pela figura 4.31 de deslocamento da curva, que representa a relação inversa entre resistência mecânica e tenacidade, para a direita.

No caso das amostras 920 °C - 16 °C/s e 920 °C - 23°C/s este efeito foi ainda mais significativo uma vez que foram conseguidos ganhos simultâneos de tenacidade à fratura e limite de resistência à tração, quando comparadas ao aço no estado como fornecido. A explicação para este comportamento seguramente está relacionado a aspectos microestruturais. O trabalho realizado por DEARDO [58] apresenta, de forma geral, diversos aspectos favoráveis da substituição da perlita pela bainita em aços microligados, efeito este que ocorreu nessas duas amostras, onde não há presença de perlita e sim a combinação em diferentes proporções de ferrita, bainita e constituinte MA. Quanto às demais amostras resfriadas a 7 e 50° C/s e as amostras A-370-50°C/s e 710 °C - 16 °C/s apresentaram um comportamento dentro do esperado com aumento de resistência mecânica e diminuição da tenacidade à fratura.

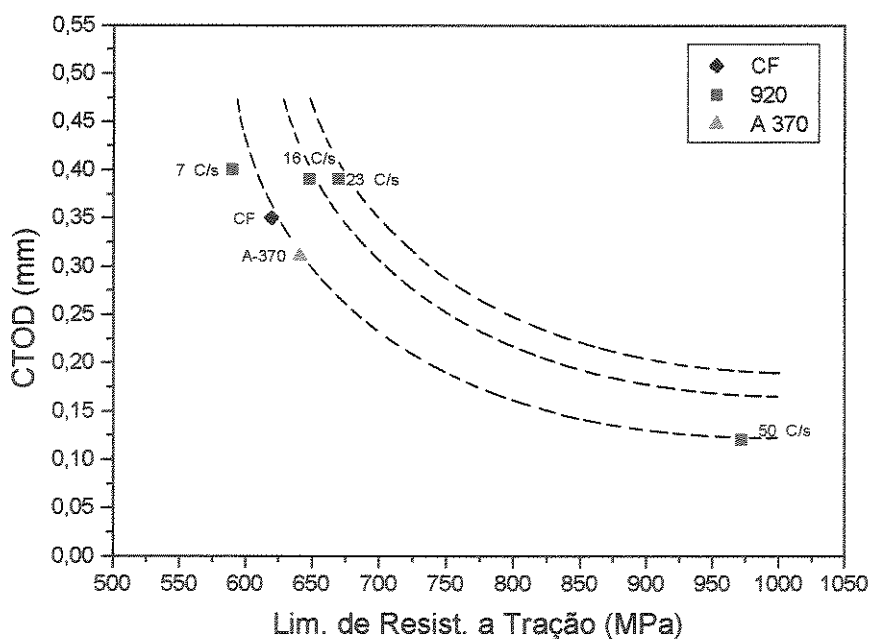


Figura 4.32 - Variação do CTOD (δ_m) em função do limite de resistência à tração do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho.

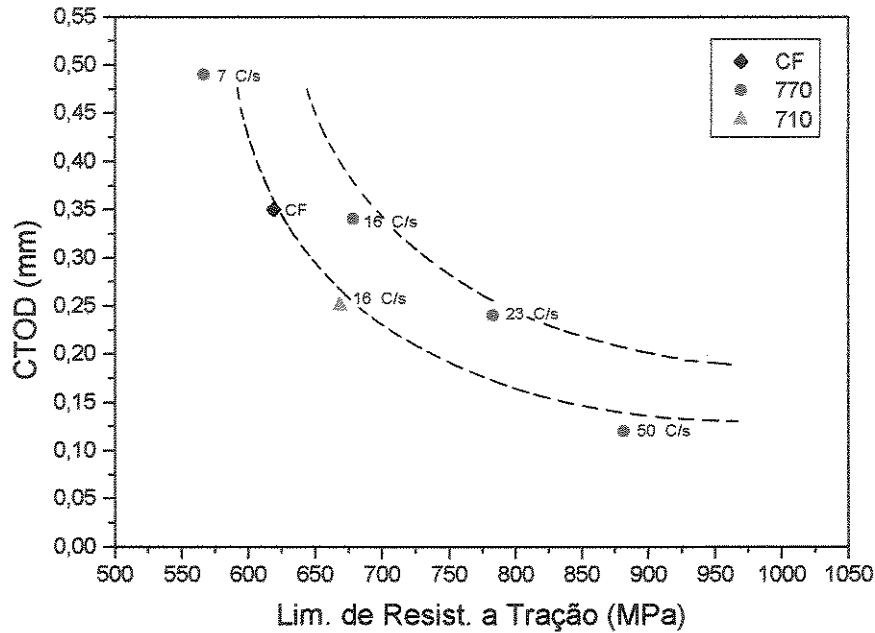


Figura 4.33- Variação do CTOD (δ_m) em função do limite de resistência à tração do aço API 5L X65 em algumas condições metalúrgicas estudadas neste trabalho.

4.3 - Análise Fractográfica

As análises das superfícies de fratura foram realizadas nos corpos de prova do ensaio de tenacidade à fratura na região de propagação estável de trinca como mostra a figura 4.34. Em todas as condições metalúrgicas estudadas foi notada a predominância de micromecanismo alveolar (“dimples”), com exceção das condições 920-50°C/s e 770-50 °C/s, onde foi observada a presença de certa quantidade de facetas de quase-clivagem. Como é conhecido, o micromecanismo de fratura alveolar ocorre devido à nucleação, crescimento e coalescimento de microcavidades. Para o aço API 5L X65, nas condições metalúrgicas estudado neste trabalho, as fases mais resistentes como a martensita e a bainita, podem ter funcionado como agentes nucleadores de microcavidades, no entanto, acredita-se que o principal agente nucleador foram as partículas de segunda fase, que se apresentaram em grande quantidade na forma de inclusões não metálicas com tamanhos que variaram entre 1,5 a 6 μm . A formação de vazios é favorecida pela presença de inclusões que ocasionam a decoesão na interface metal-inclusão [122].

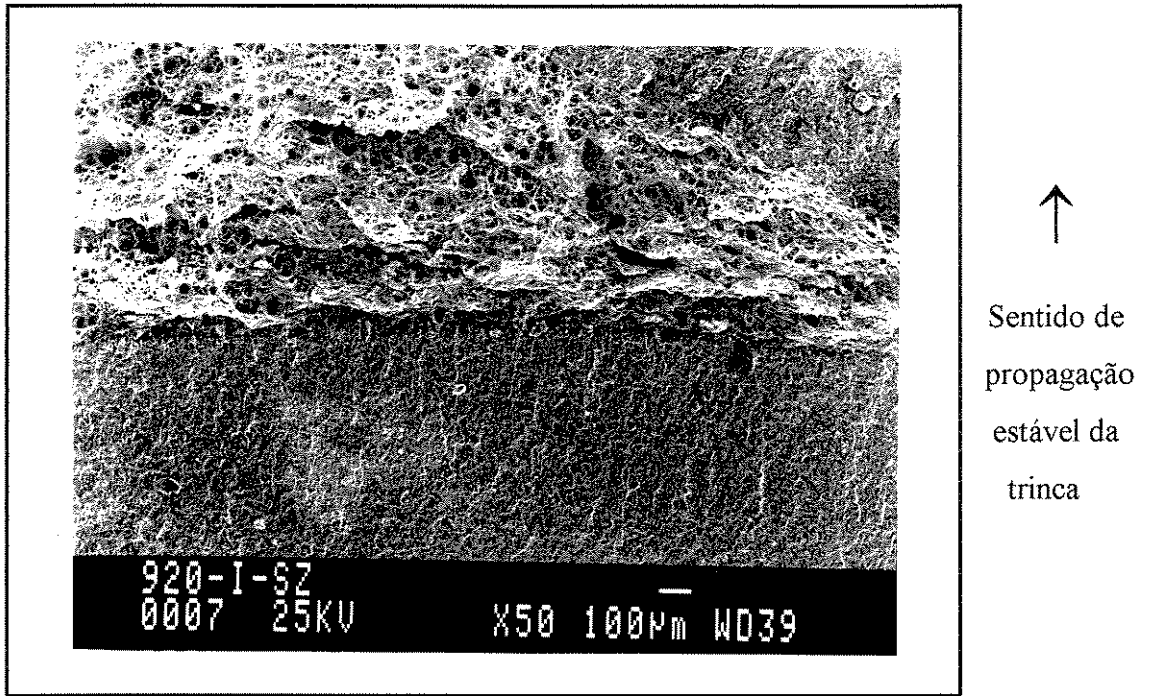


Figura 4.34 - Fractografia do corpo de prova de tenacidade à fratura da amostra 920 °C - 16 °C/s onde pode-se distinguir a região de propagação da trinca por fadiga e da região de propagação estável da trinca durante o ensaio de CTOD sob carregamento monotônico.

No aço estudado foram detectados basicamente três tipos de inclusões a base de C-Mn-Ca-S, C-Mn-Ca-S-Ti, e C-Mn-Ca-S-Ti-Al. Através da análise das figuras 4.35 a 4.38 é possível verificar que estas partículas apresentaram três tamanhos distintos que podem ter influenciado no micromecanismo de fratura das amostras pesquisadas. Foram detectadas partículas pequenas, com tamanho inferior a 1,5 µm, intermediárias com tamanho em torno de 2,5 µm e grosseiras com tamanho superior a 3,5 µm. Deste modo é possível notar na figura 4.39 que mostra a fractografia do corpo de prova de tenacidade à fratura do aço no estado como-fornecido, que devido aos tipos de partículas, também há basicamente três tipos de alvéolos: os grandes, os intermediários e os pequenos, nucleados respectivamente em partículas grandes intermediárias e pequenas.

As figuras 4.40 e 4.41 mostram as fractografias das amostras submetidas às duas rotas de tratamentos térmicos e resfriadas a $7\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ onde é possível verificar as seções de fratura repletas de microcavidades, demonstrando que o micromecanismo de fratura é essencialmente alveolar (“dimples”). Nessas amostras foi possível verificar também uma grande deformação, indicando que houve um fluxo plástico no sentido de propagação da trinca, levando a um alongamento de seus constituintes. É importante lembrar que estas verificações estão compatíveis com os valores obtidos para a tenacidade à fratura das amostras resfriadas a $7\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, que foram os mais elevados entre as diversas condições metalúrgicas estudadas.

Outro fator que poderia ser levado em consideração é a alta fração volumétrica de partículas de constituinte MA presentes nas microestruturas resfriadas a $7\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, que podem ter funcionado como agentes nucleadores das microcavidades. No entanto, no trabalho de DAVIS e KING [2] não foram apresentadas evidências que sugerissem que partículas isoladas de constituinte MA apresentassem algum efeito de redução sobre a tenacidade na temperatura ambiente. O trabalho de BARNES [159] também não associou redução de tenacidade com a formação de constituinte MA quando havia a presença de perlita nos contornos de grãos da microestrutura estudada. Portanto os valores elevados de tenacidade à fratura obtidos pelas amostras resfriadas a $7\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ confirmam que as partículas de constituinte MA não devem ser relacionados à diminuição de tenacidade.

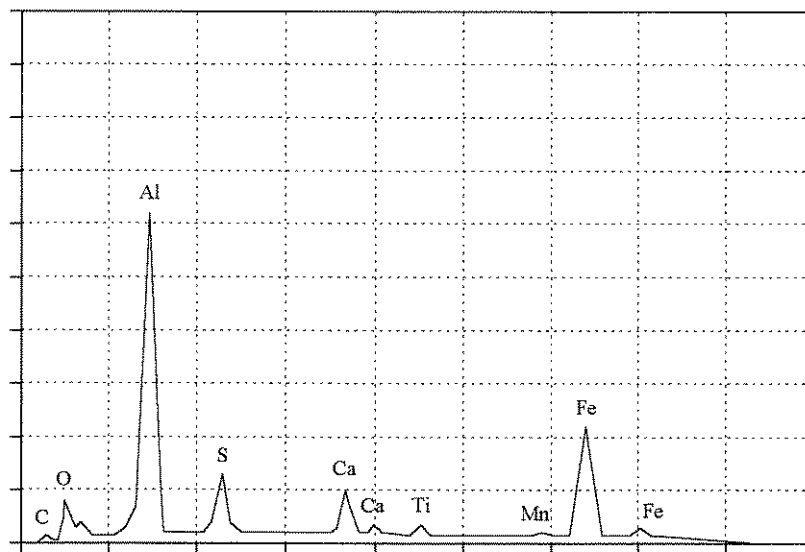
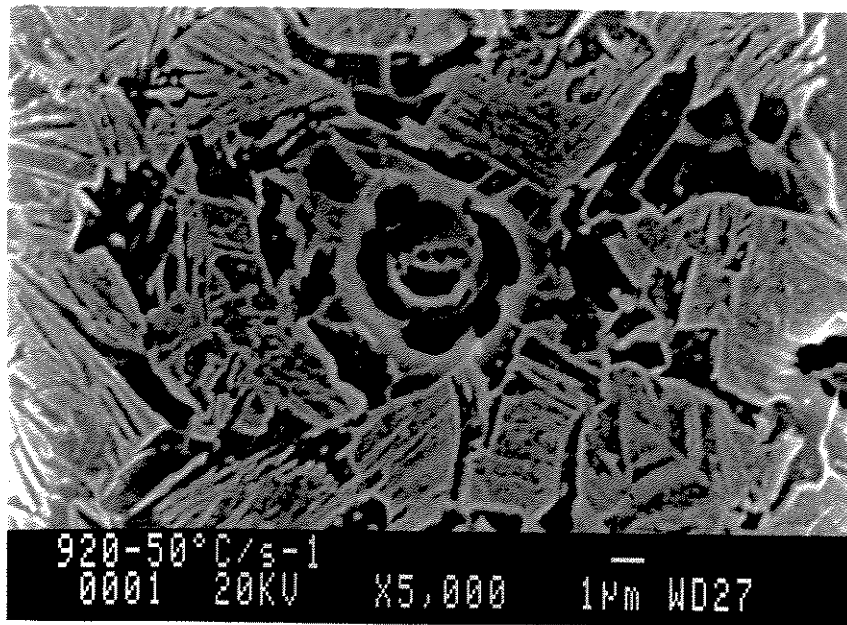


Figura 4.35 - Micrografia de uma inclusão não metálica com tamanho médio de 1,8 µm em uma amostra do aço API 5L X65, submetido a austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento a 50°C/s apresentando a sua identificação qualitativa dos principais elementos químicos.

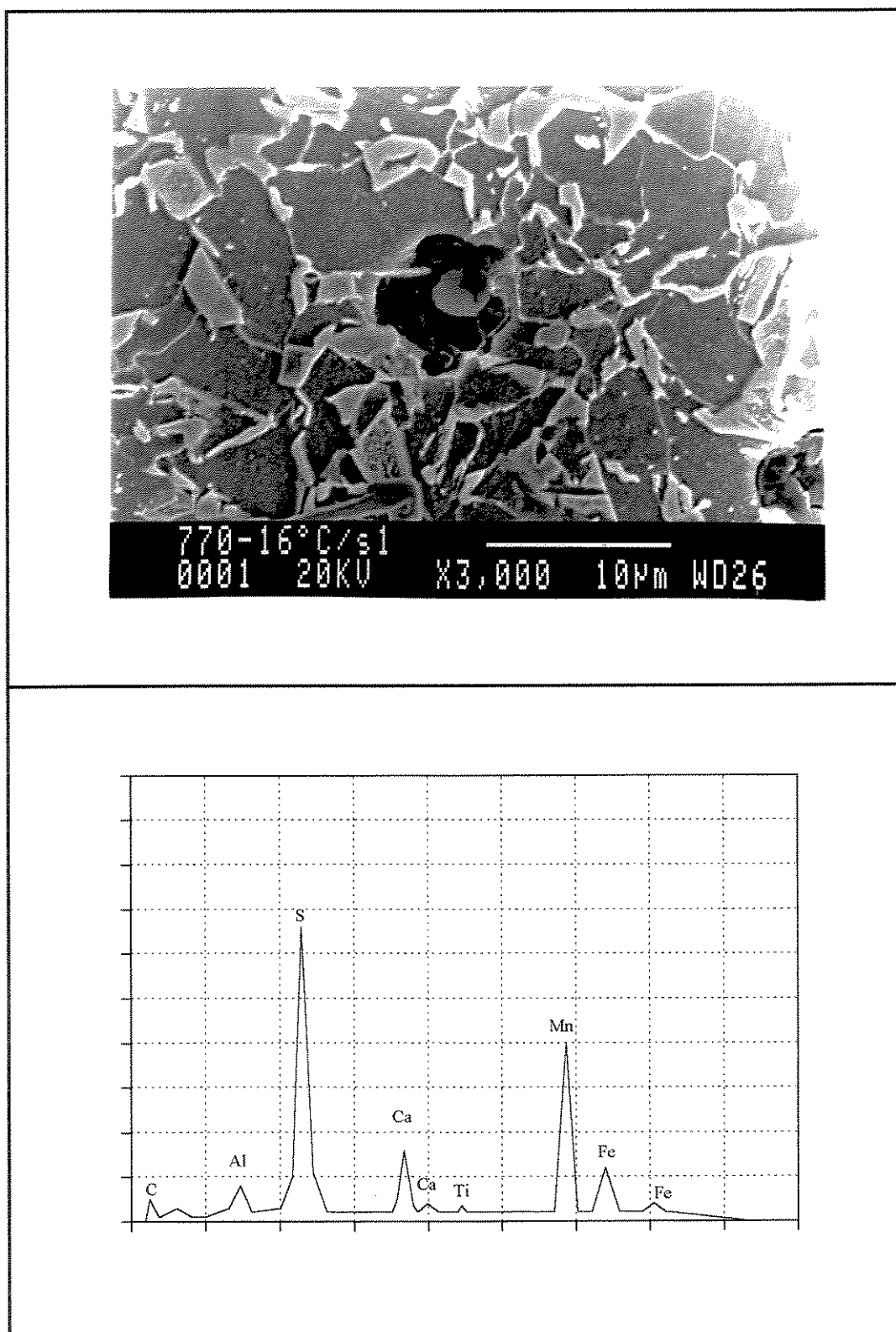


Figura 4.36 - Micrografia de uma inclusão não metálica com tamanho médio de 2,8 μm em uma amostra do aço API 5L X65, submetido ao tratamento térmico intercrítico a 770°C por 40 minutos seguido de resfriamento a 16°C/s apresentando a identificação qualitativa dos principais elementos químicos.

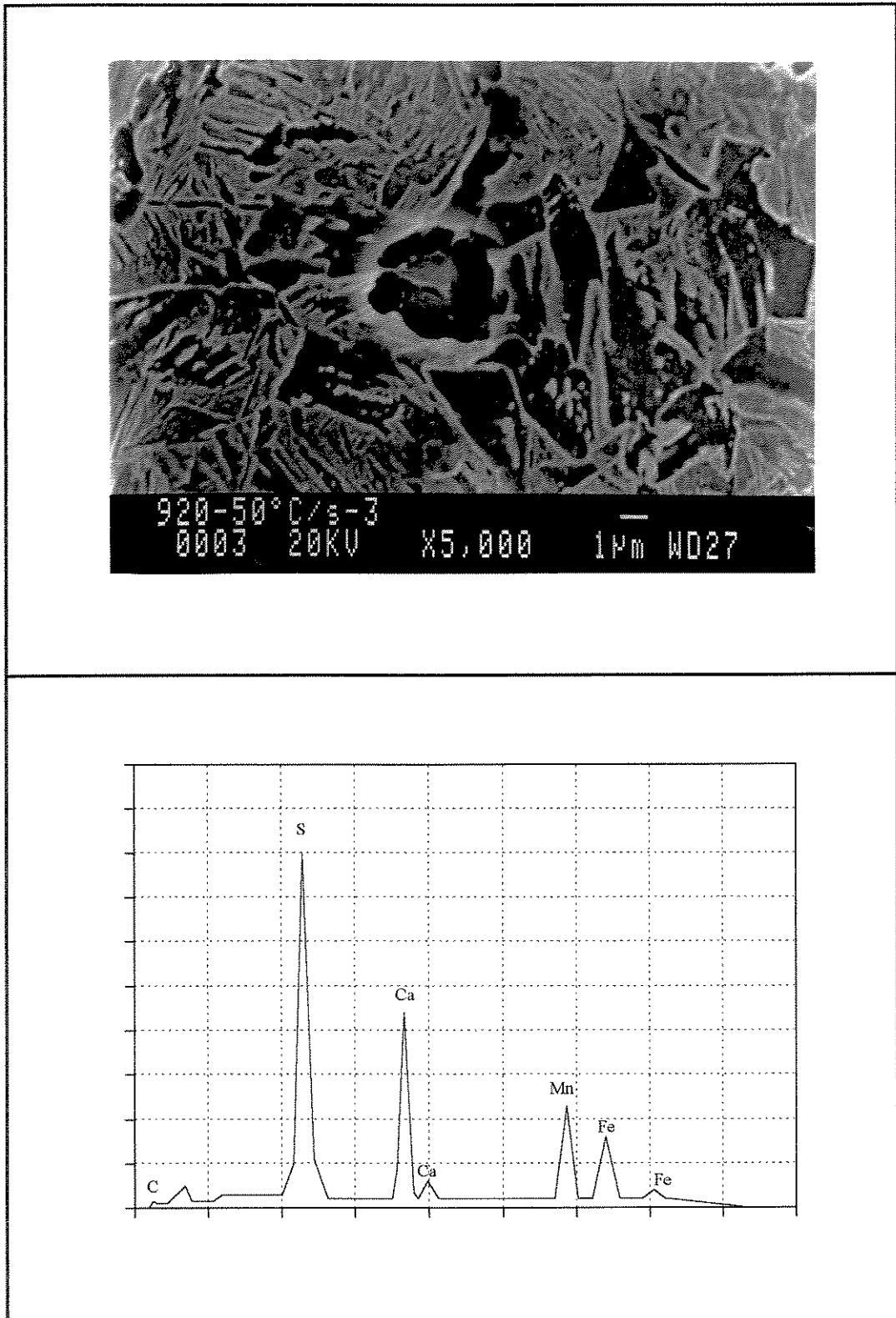


Figura 4.37 - Micrografia de uma inclusão não metálica com tamanho médio de 4,7 μm em uma amostra do aço API 5L X65, submetido a austenitização a 920 °C por 40 minutos seguido de resfriamento a 50°C/s apresentando a sua identificação qualitativa dos principais elementos químicos.

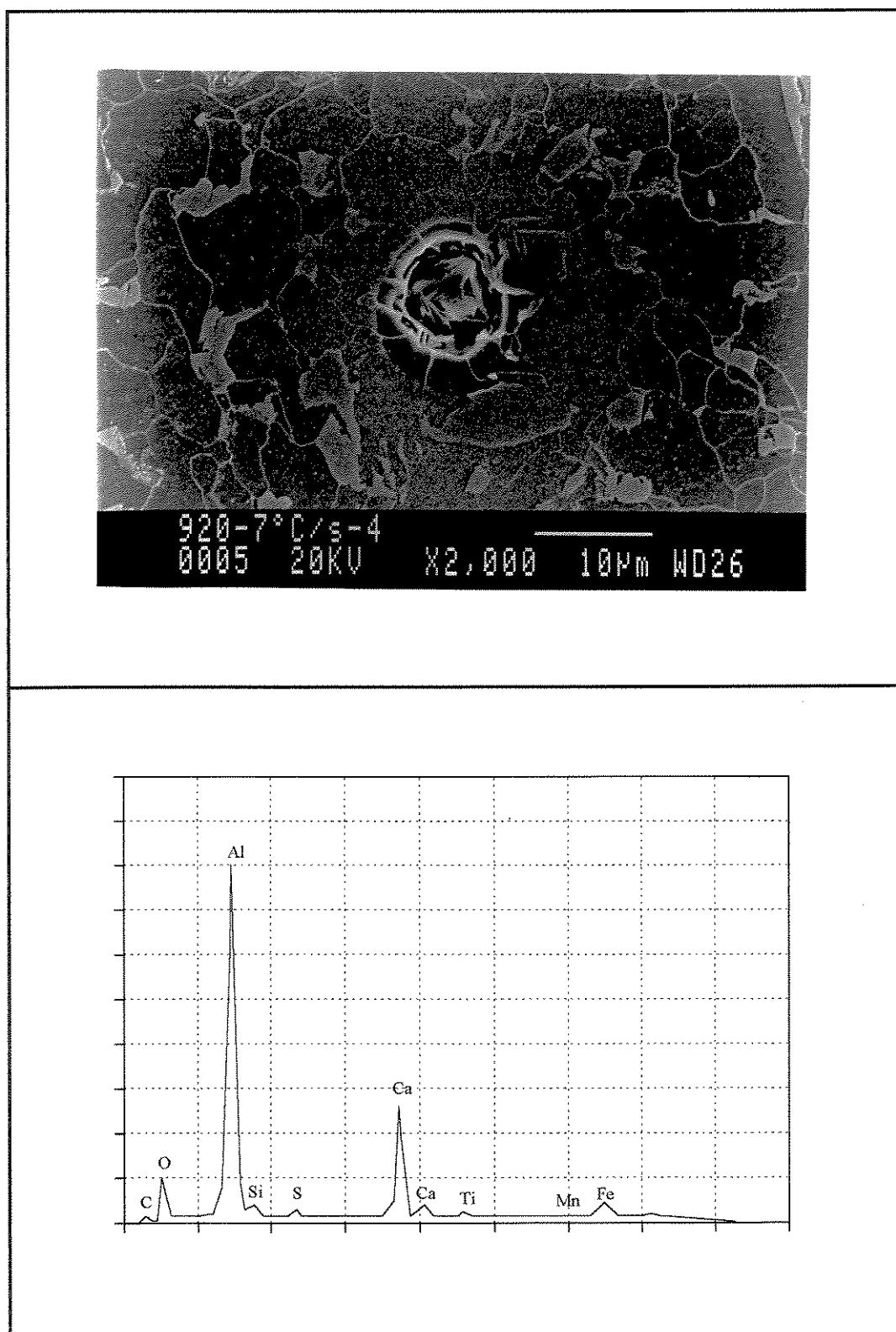


Figura 4.38 - Micrografia de uma inclusão não metálica com tamanho médio de 6,3 μm em uma amostra do aço API 5L X65, submetido a austenitização a 920 $^{\circ}\text{C}$ por 40 minutos seguido de resfriamento a 7 $^{\circ}\text{C/s}$ apresentando a sua identificação qualitativa dos principais elementos químicos.

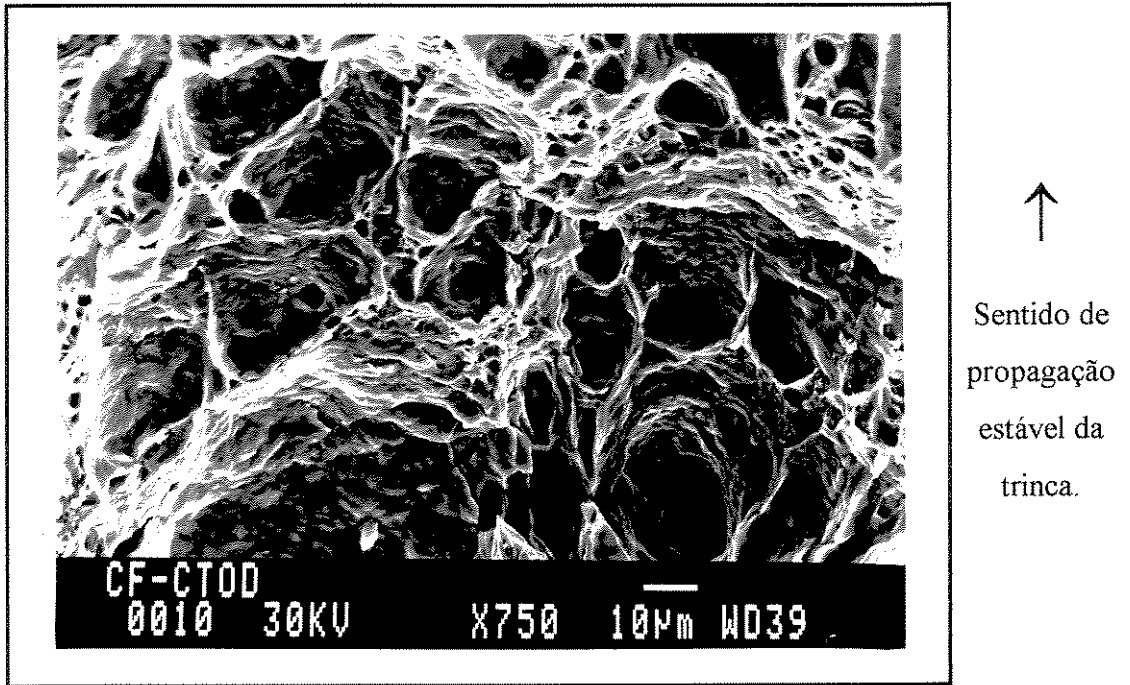


Figura 4.39 - Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição como fornecido (CF), mostrando que a fratura apresentou micromecanismo de fratura alveolar com a presença de grande quantidade de microcavidades com tamanhos distintos.

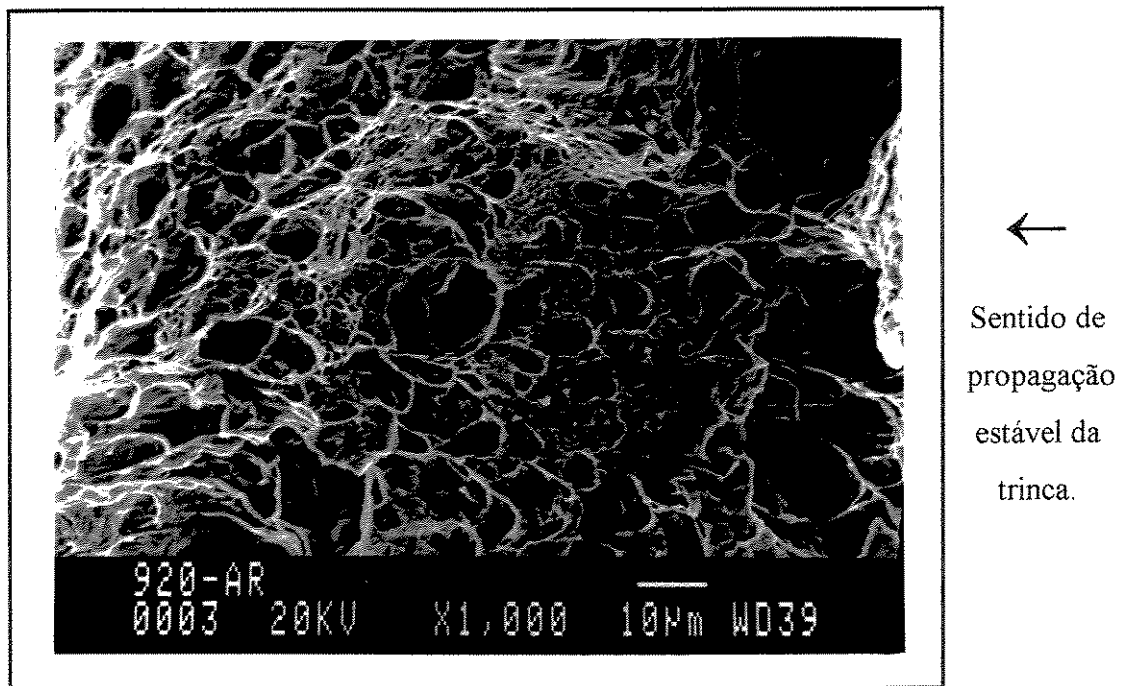


Figura 4.40 - Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 920 °C - 7°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar com a presença de orientação no sentido de propagação da trinca.

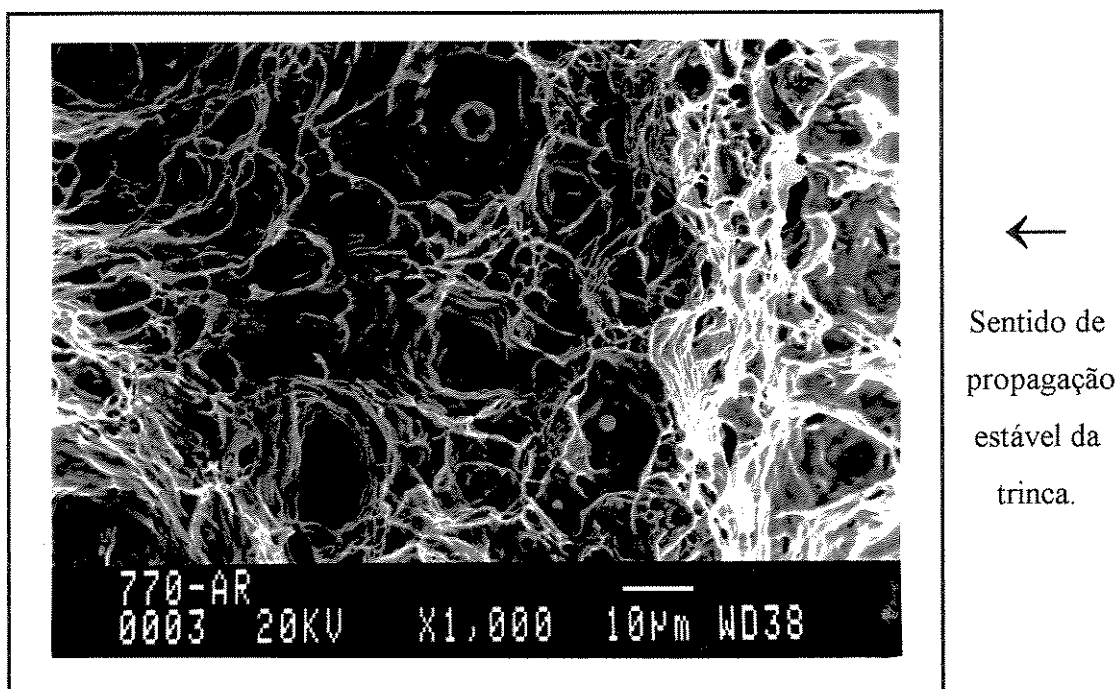


Figura 4.41 - Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 770 °C - 7°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar com a presença de orientação no sentido de propagação da trinca.

As amostras austenitizadas a 920 °C e as amostras submetidas ao tratamento térmico intercrítico quando resfriadas a 16 e 23 °C/s apresentaram aspectos fractográficos semelhantes, como pode ser verificado nas figuras 4.42 a 4.46, onde a presença de microcavidades é predominante, indicando micromecanismo de fratura alveolar. Nessas amostras foram verificadas uma pequena diminuição no tamanho dos “dimples” que acompanhou o aumento da velocidade de resfriamento. É possível notar, nas amostras resfriadas a 16 °C/s a presença de certa quantidade de orientação no sentido de propagação da trinca, sendo que este efeito foi bem mais acentuado na amostra 920 °C- 16 °C/s como mostra a figura 4.42.

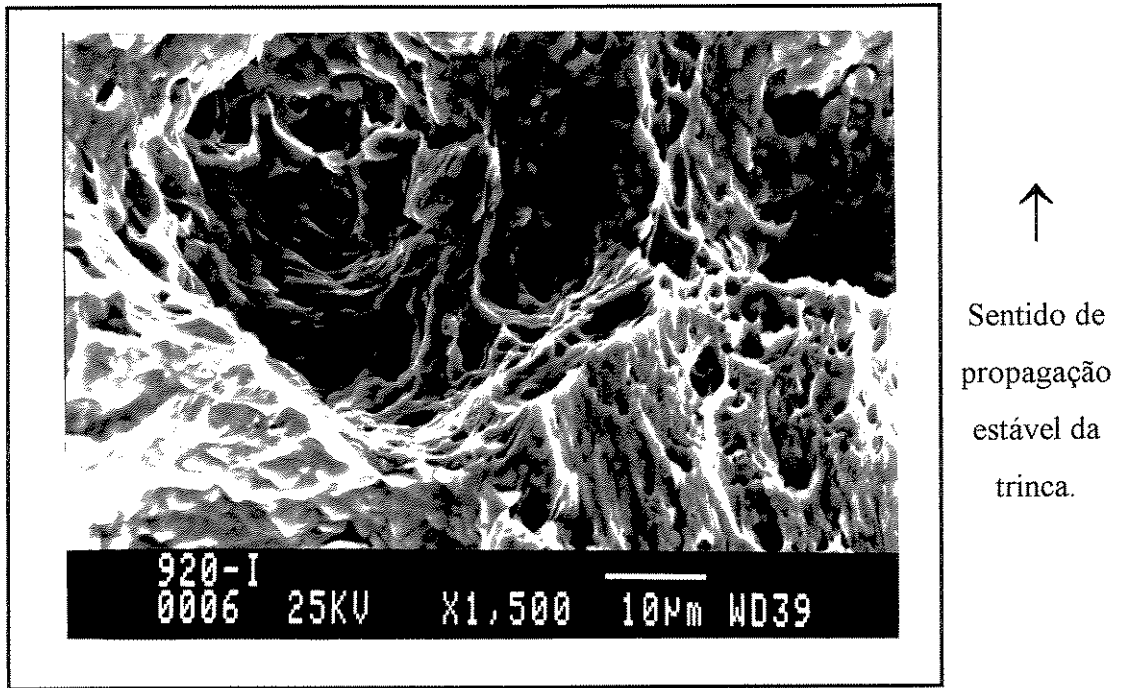


Figura 4.42 - Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 920 °C - 16°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar com a presença de orientação no sentido de propagação da trinca.

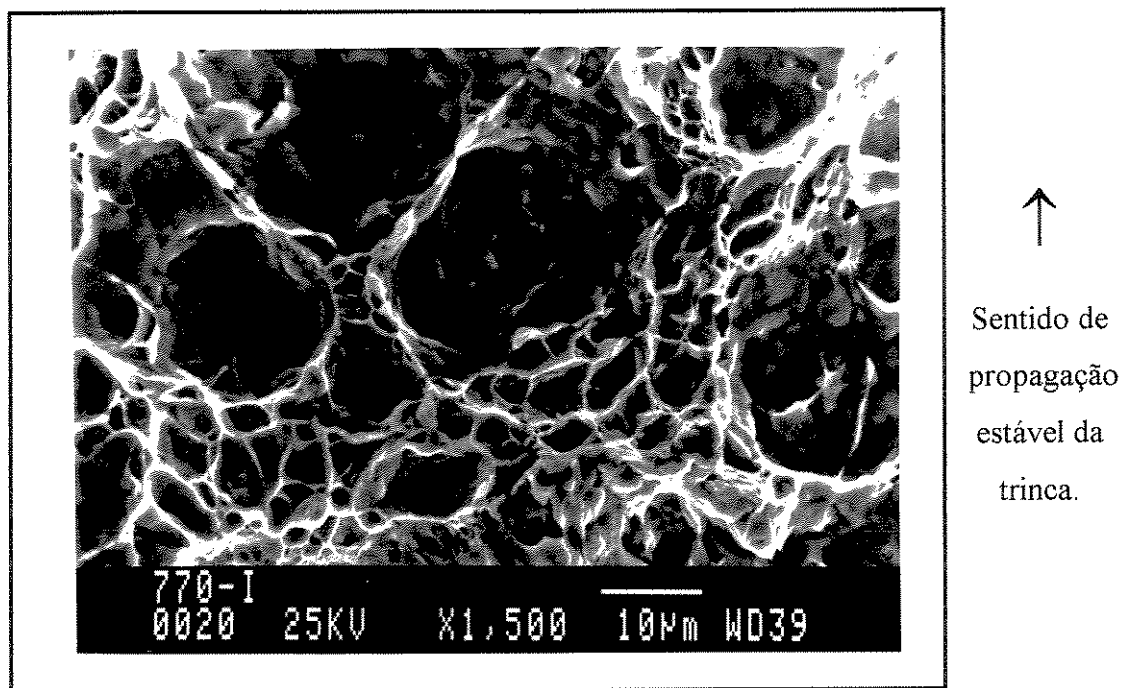


Figura 4.43 - Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 770 °C - 16°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar.

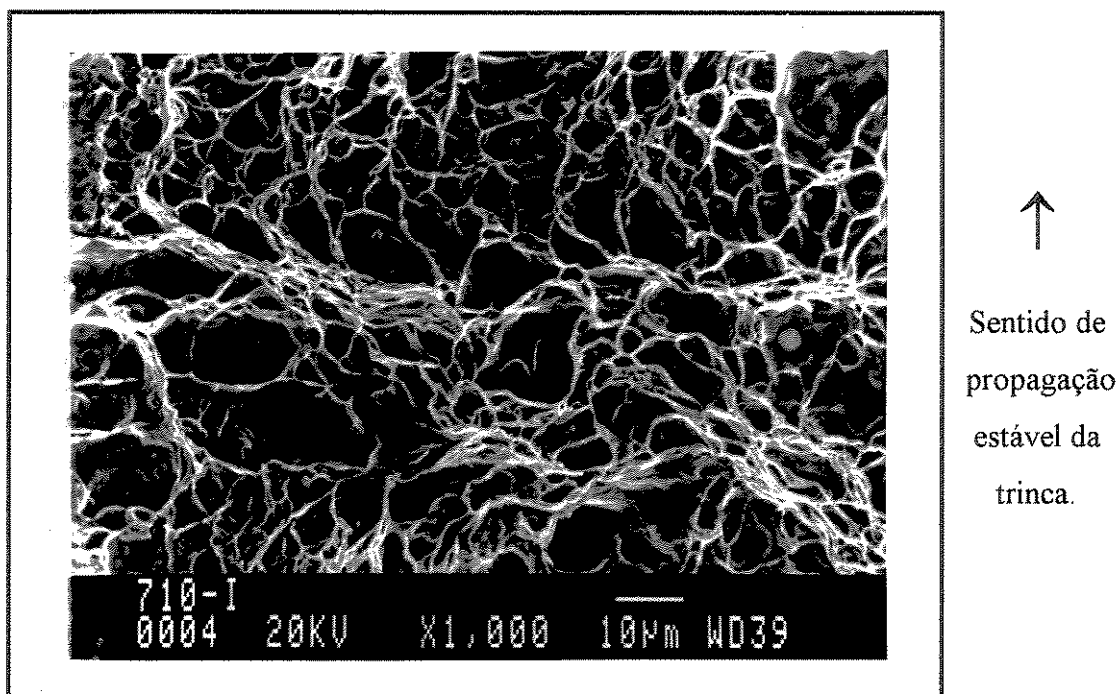


Figura 4.44 - Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 710°C - 16°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar.

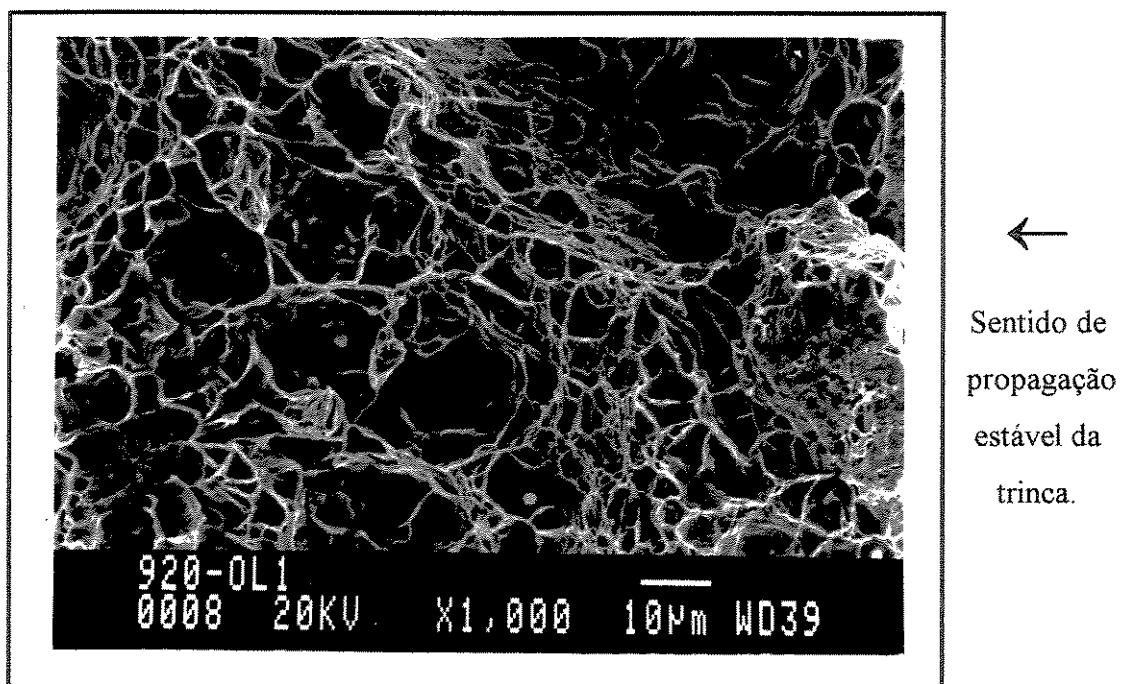


Figura 4.45 - Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 920 °C - 23°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar.

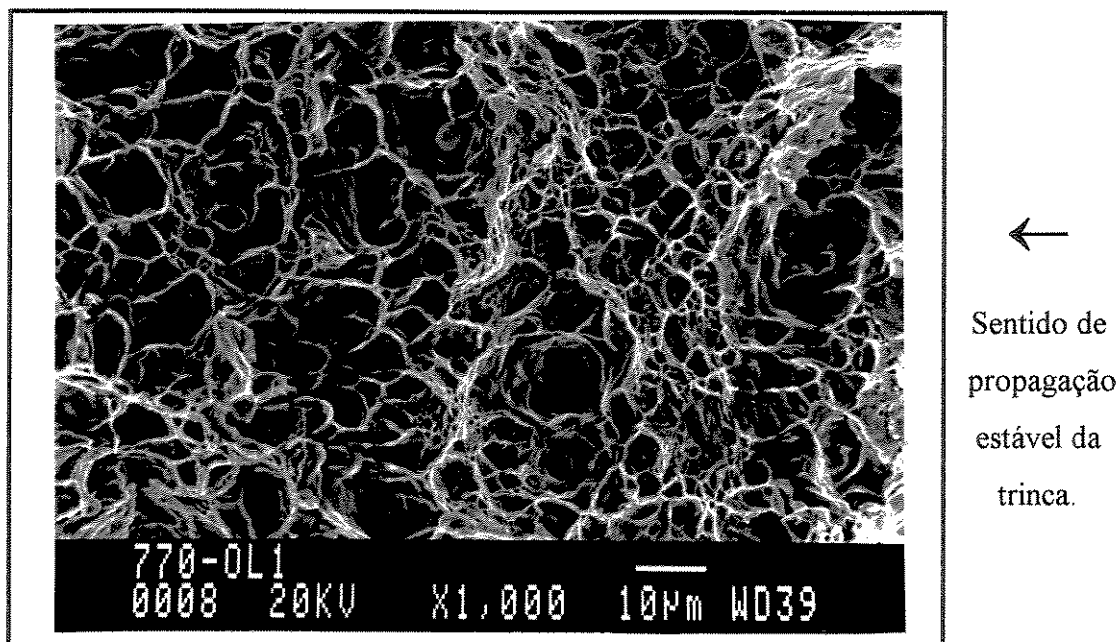
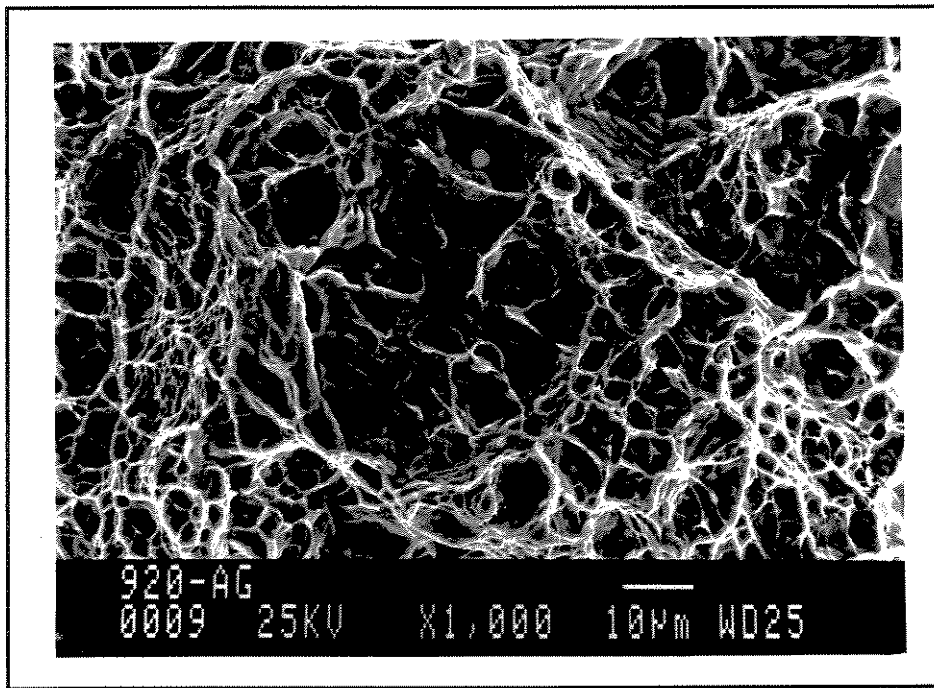


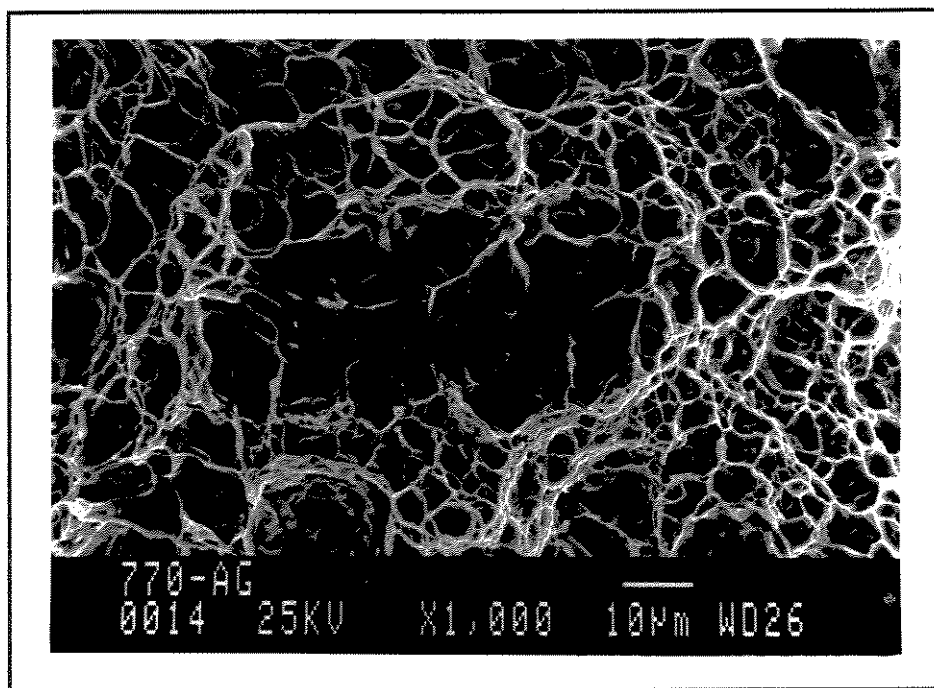
Figura 4.46 - Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 770 °C - 23°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar.

Já as amostras submetidas a taxas mais elevadas de resfriamento (50 °C/s), mostradas pelas figuras 4.47 e 4.48 apresentaram micromecanismo de fratura nitidamente diferente das condições anteriores, pois nesses casos também há alvéolos, mas com presença de regiões com facetas de quase clivagem [160]. Nesse caso as facetas de quase clivagem estão associadas à fase martensítica pois é pouco provável que a ferrita desse aço sofra clivagem na temperatura ambiente tendo em vista a não existência de estados triaxiais de tensões. Os estudos realizados por MODER [161] avaliaram que o processo de fratura em microestruturas bifásicas está relacionado a um mecanismo de decoesão entre a ferrita e a martensita ocorrendo nessa região, nucleação de microvazios que se coalescem com o aumento da deformação. Também constatou que o processo de fratura não é simplesmente por coalescência de vazios. Em muitos casos o processo de decoesão tende a ocorrer por mecanismo de fratura mista, onde regiões de clivagem e de alvéolos estão presentes na superfície de fratura.



←
Sentido de
propagação
estável da
trinca.

Figura 4.47 - Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 920 °C - 50°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar com a presença de regiões com facetas de quase clivagem.



←
Sentido de
propagação
estável da
trinca

Figura 4.48 - Fractografia da superfície de fratura dos corpos de prova de CTOD na condição 770 °C - 50°C/s, mostrando micromecanismo de fratura alveolar com a presença de regiões com facetas de quase clivagem.

Diversos pesquisadores têm verificado que as características micrográficas de amostras, com microestruturas constituídas de ferrita e martensita, apresentam evidências de que a nucleação de vazios ocorre preferencialmente nas interfaces. No entanto, o trabalho de SUI *et al* [162] verificou que a martensita se deforma simultaneamente com a matriz ferrítica e não foram observadas microtrincas entre as duas fases. Nesse caso foram verificados diversos indícios de que o processo de fratura se iniciou em regiões próximas as inclusões não metálicas que apresentam baixo índice de deformação, e poderiam facilitar a criação de interfaces de separação.

O trabalho de SANTOS [141] verificou que, apesar das fractografias das amostras com microestrutura constituída de ferrita e martensita apresentarem modo de fratura do tipo dúctil, do ponto de vista microscópico houve o aparecimento de diversas regiões de quase clivagem e clivagem que aumentaram com a elevação da fração volumétrica da martensita. No aço API 5L X65 estudado neste trabalho as facetas de quase clivagem só foram detectadas nas amostras resfriadas a 50 °C/s que apresentaram fração volumétrica de martensita superior a 45%. Assim os níveis de tenacidade à fratura foram bem inferiores para estas duas condições, pois em aços os micromecanismos de clivagem e quase clivagem estão associados com baixíssimos níveis de tenacidade à fratura. Nas fractografias das condições resfriadas a 50 °C/s também foi verificado que os “dimples” alteraram suas formas, se apresentando com tamanhos menores e mais rasos, o que indica, a exemplo dos resultados obtidos por CHAGAS e HASHIMOTO [163], uma diminuição de ductilidade.

Capítulo 5

Conclusões e Sugestões para Trabalhos Futuros

5.1 - Conclusões

Para o aço API 5L X65, nas condições metalúrgicas analisadas neste trabalho, pode-se concluir o seguinte:

❶ Com a aplicação de diferentes taxas de resfriamento foram obtidas diferenças microestruturais acentuadas de morfologia e composição das fases entre as diversas condições metalúrgicas pesquisadas. As amostras submetidas a diferentes taxas de resfriamento a partir da austenitização a 920 °C apresentaram microestruturas constituídas de: ferrita - perlita - constituinte MA quando o resfriamento foi realizado a 7 °C/s; ferrita - bainita - constituinte MA quando o resfriamento foi realizado a 16 e 23°C/s; e ferrita - martensita para o resfriamento a 50 °C/s. Quando o resfriamento foi aplicado a partir da região intercrítica as microestruturas foram constituídas de ferrita-perlita-constituinte MA para a taxa de 7°C/s; ferrita - martensita - constituinte MA para as taxas de 16 e 23°C/s; e ferrita - martensita para a taxa de 50° C/s. A amostra austemperada a 370 °C a partir da austenitização completa, apresentou microestrutura constituída de ferrita - bainita - constituinte MA.

❷ Nas diversas condições metalúrgicas estudadas pode-se verificar uma tendência de aumento de dureza que acompanhou o aumento da taxa de resfriamento, principalmente nas

amostras submetidas a austenitização a 920 °C, seguido de resfriamento forçado; no entanto, foi observado que o valor de dureza Vickers não é um parâmetro sensível às variações microestruturais, uma vez que as amostras resfriadas a 23 e 50 °C/s apresentaram aumento expressivo de resistência mecânica e mesma ordem de dureza da condição como fornecida.

③ Com a aplicação das taxas de resfriamento de 16 e 23 °C/s a partir da região intercrítica a 770 °C, foi possível a obtenção de microestruturas constituídas de ferrita-martensita e constituinte MA com melhores combinações de resistência mecânica e tenacidade à fratura quando comparadas à condição do aço como-fornecido.

④ As microestruturas obtidas por resfriamento de 16 e 23 °C/s a partir de 920 °C apresentaram as melhores combinações de propriedades mecânicas entre as condições pesquisadas, uma vez que, nesses dois casos, foram conseguidos aumentos simultâneos de resistência mecânica e tenacidade em relação à condição do aço como-fornecido. Esse ganho de propriedades é atribuído à presença de bainita na microestrutura.

⑤ Nas situações em que o resfriamento foi realizado a 7 °C/s houve uma pequena redução de resistência mecânica com ganho de tenacidade à fratura. As amostras resfriadas nessas condições apresentaram baixa razão de escoamento (σ_e/σ_t) e alto alongamento o que indica um potencial para aplicações em processos que envolvem deformação a frio.

⑥ A amostra submetida a austêmpera a 370 °C a partir de 920 °C e a amostra submetida ao tratamento térmico intercrítico a 710 °C e resfriada a 16 °C/s apresentaram comportamento clássico, onde verificou-se aumento de resistência mecânica com diminuição de tenacidade à fratura.

⑦ Com o resfriamento a 50 °C/s foi possível a obtenção de altos níveis de resistência mecânica; no entanto, verificou-se baixíssimos níveis de tenacidade à fratura, comprometendo aplicações práticas do material resfriado nessas condições.

⑧ Através da análise da superfície de fratura das diversas condições estudadas notou-se micromecanismo de fratura alveolar, com exceção das amostras resfriadas a 50 °C/s a partir

de 770 e 920 °C, onde foi observado a presença de certa quantidade de facetas de quase-clivagem.

⑨ Para as diversas condições metalúrgicas estudadas do aço API 5L X65 o micromecanismo de fratura alveolar ocorreu devido à nucleação, crescimento e coalescimento de microcavidades a partir de partículas de segunda fase que se apresentaram em grande quantidade na forma de inclusões não metálicas.

⑩ As facetas de quase-clivagem observadas nas amostras resfriadas a 50 °C/s podem ser relacionadas aos baixos índices de tenacidade à fratura obtidos por essas amostras ($\delta_m = 0,12$ mm), e com a fase martensítica, uma vez que é pouco provável que a ferrita desse aço sofra clivagem à temperatura ambiente.

5.2 - Sugestões para trabalhos futuros

- Realizar estudos mais detalhados da austêmpera com variações de tempos, temperaturas e taxas de resfriamento a partir da austenitização completa e da região intercrítica.

- Estudar a influência da taxa de resfriamento aplicada logo após a laminação controlada, na microestrutura e propriedades mecânicas do aço API 5L X65.

- Estudar outras propriedades mecânicas, como fadiga de alto e baixo ciclo, energia absorvida e temperatura de transição dúctil-frágil de modo que se tenha um maior conjunto de parâmetros para definição das melhores condições para determinada aplicação.

- Avaliar a influência dos processos de soldagem convencionais nas microestruturas e propriedades mecânicas do aço API 5L X65 obtidos com os tratamentos térmicos realizados neste trabalho.

Referências Bibliográficas

- [1] BORDIGNON, P. J. P., et al. High strength low alloy steels for automotive applications, Niobium Technical report, NbTR-06/84, p. 1-45, 1984.
- [2] DAVIS, C. L., KING, J. E. Effect of cooling rate on intercritically reheated microstructure and toughness in high strength low alloy steel, *Materials Science and Technology*, v. 8, p.8-15, 1993.
- [3] KEIJAN, H., KING, T. N. Copper containing sulphide phases present in controlled rolled niobium-titanium bearing high strength low alloy steel, *Materials Science and Technology*, v. 8, p. 1082-1089, 1992.
- [4] PARSONS, S. A., EDMONDS, D. V. Microstructure and mechanical properties of medium-carbon ferrite-perlite steel microalloyed with vanadium, *Materials Science and Technology*, v. 3, p. 894-904, 1987.
- [5] GRASSL, K. J. et al. Toughness of medium-carbon forging steels with directed cooled bainitic microstructure, 30th Mechanical Working and steel Processing Proceedings, ISS-AIME, p. 137-143, 1989.
- [6] GRASSL, K. J. et al. Development in alloy design for the forging industry, 31th Mechanical Working and steel Processing Proceedings, ISS-AIME, p. 97-102, 1989.

- [7] CBMM, Nióbio - Características - aplicações - consumo, Cia brasileira de metalurgia e mineração. Araxa-MG, p. 1-25, 1984.
- [8] VARUGHESE, R., PENSE, A.W. Microstructural development in the coarse-grained, heat affected zone in titanium-vanadium microalloyed HSLA steels, *Materials Characterization*, v. 30, p. 35-43, 1993.
- [9] GUIMARÃES, J. R. C., PAPALÉO, R. Aços bifásicos: características mecânico-metalúrgicas e aplicações potenciais, *Metalurgia - ABM*, v. 37, nº 288, p. 617-622, 1981.
- [10] CALEGARI, M. L. Indústria automobilística estimula investimentos em desenvolvimento de materias, *Metalurgia - ABM*, v. 53, No 468, p.374-385, 1997.
- [11] SHAMS, N. Fracture toughness in niobium treated steels, *Journal of Metals*, March, 1988, p. 14-17
- [12] COUTINHO, C. B. *Materiais Metálicos para Engenharia*, Ed. Fundação Christiano Ottoni, Belo Horizonte, p. 311-360, 1992.
- [13] KLAUS, H., FRIEDRICH, H. Low Carbon Structural Steels - The key to economic constructions. *International Symposiuns on Low Carbon Steels for the 90's*, Ed by Asfahan, R. and Tither, G., The Minerals, Metals & Materials Society, Pittsburg, p.211-218, 1993.
- [14] CARSI, M., et al. Resolution of the Hall-Petch equation and comparison with the experimental results of three Vanadium-Titanium. *Journal of Materials Science*, v.28, n.23, p.6450-6456, 1993
- [15] TOKIMATSU, R. C. *Influência de parâmetros microestruturais e procedimentos de ensaio, no comportamento mecânico de um aço de ultra-alta resistência e baixa-liga*. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1995. 435p. Tese (Doutorado).

- [16] DAVIS, J. R., et al. High-Strength Structural and High-Strength Low-Allow Steels. *Metals Handbook*, v.1, 10th edition, Ed. by ASM International, Materials Park, OH, p.389-423, 1996.
- [17] MEKKAWY, M. F., et al. Effect of reheating temperature on microstructure and strength of V- and Ti-microalloyed steels. *Scandinavian Journal of Metallurgy*, v.19 n.5 , p.236-245, 1990.
- [18] KRAUSS, G. Microstructures processing, and properties of steels. *Metals handbook*, v.1, 10th edition, Ed. by ASM International, Materials Park, OH , p.126-139, 1996.
- [19] BOYD, J. D., et al. Effects of thermomechanical processing on the microstructure and mechanical properties of a Ti-V-N Steel, *Metallurgical Transactions*, v. 19A, may, p. 1221- 1234, 1988.
- [20] KASPAR, R., et al. Improving properties of a low-carbon microalloyed steel by means of accelerated cooling of dynamically recrystallized austenite. *Steel Research*, v 60, n 12, p.566-570, 1989.
- [21] RUDDLE, G. E., et al. Effects of Accelerated Cooling Parameters on Hot-Rolled Steel Plate Properties. *Mechanical Working and Steel Processing Conference Proceedings*, v 30, p.19-30, 1992.
- [22] LIN, H. R., HENDRICKSON, A .A. The prediction of precipitation strengthening in microalloyed steels, *Metallurgical Transactions*, Vol. 19A, p. 1471-1480, 1988.
- [23] SAGE, A. M. Microalloyed steels for structural applications. *Metals and Materials*, v.5, n.10, p.584-588, 1989.
- [24] COHEN, M., HANSEN, S. S. On the fundamentals of HSLA Steels , in *Proc. Conf. on HSLA Steels: and Applications*, ed. J.M. Gray et al., ASM, Beijing, p. 61-71, 1996.

- [25] MEKKAWY, M. F. et al. Effect of interrupted accelerated cooling on mechanical properties and structure of vanadium and titanium microalloyed steel bars, *Materials Science and Technology*, January, vol. 7, p. 28-36, 1991.
- [26] MEYER, L. et al Effects and present application of the microalloying elements Nb, V, Ti, Zr and B in HSLA steels. In *HSLA Steels Technology & Applications Proceedings of International Conference*, Philadelphia, American Society of Metals, p. 29-44, 1994.
- [27] LEBER, H., et al. Combined effect of niobium and vanadium in a forged low carbon steel. *Proceedings of International Symposium of Fundamentals Microalloying Forging Steels* Publ by Metallurgical Soc of AIME, Warrendale, PA, USA, p 189-205, 1987.
- [28] LEAP, M., et al. Evolution of Microstructure and Precipitate Dispersions During Reheating in a vanadium Modified 1045 Steel. *Proceedings of International Symposium of Fundamentals Microalloying Forging Steels*. Publ by Metallurgical soc of AIME, Warrendale, PA, USA, p.91-111, 1987.
- [29] MORRISON, W. B. et al. The influence of precipitation mode and dislocation substructure on the properties of vanadium - treated steels, *ISIJ International*, vol. 33, n. 10, p. 1095-1103, 1993.
- [30] ZAJAC, S et all, Importance of Nitrogen for precipitation phenomena in V-microalloyed steels, *International Symposiums on Low Carbon Steels for the 90's*, Ed by Asfahan, R. and Tither, G., The Minerals, Metals & Materials Society, Pittsburg, p. 139-149.1993.
- [31] ROBERTS, W. Recent inovations in alloy design an processing of microalloyed steels, in *Proceedings of Conference on HSLA Steels- Technology and Aplications*, ed. by M. Korchynsky, ASM, Ohio, p. 67-84, 1984.
- [32] MATSUO, S., et al. Strengthening of an AISI 1020 steel by aluminum-microalloying during liquid dynamic compacting. *Proceedings of the 1991 Powder Metallurgy Conference*, v. 5; ed. by Metal Industries Federation, Princeton, NJ, USA, p. 161-167, 1991.

- [33] EMENIKE, C. O. I.; BILLINGTON, J. C. Aluminum Nitride precipitation in multiple microalloyed pipeline steels. *Materials science and Technology*, v 5, n 5, p. 450-456, 1989
- [34] SIWECKI, T., et al. The influence of processing route and nitrogen content on microstructure development and precipitation hardening in V-microalloyed HSLA steels, in *Proc. Conf. on Thermomechanical processing of Microalloyed Austenite*, ed. by A.J. DeArdo, G. A. Rattz and P.J. Wray, TMS-AIME, Warrendale, Pa, p. 163-193, 1982.
- [35] BEPARI, M. M. Effects of precipitates on ferrite grain size in 0,15%C steels, *Materials Science and Technology*, vol. 5, p. 13-19, 1989.
- [36] SIWECKI, T.; ZAJAC, S. Recrystallization controlled rolling and accelerated cooling of Ti-V-(Nb)-N microalloyed steels. *Mechanical Working and Steel Processing Conference Proceedings*, v 28; ed. by Iron & Steel Society of AIME, Warrendale, PA, USA, p. 441-451, 1991.
- [37] PURTSCHER, P. T.; CHENG, Yi-Wen. Microstructure and Tensile Properties of Microalloyed Steel Forgings. *Mechanical Working and Steel Processing Conference Proceedings*, v.30, ed. by Iron & Steel Society of AIME, Warrendale, PA, USA, p 331-340, 1992
- [38] LEE, K.J. et al. Mathematical modeling of transformation in Nb microalloyed steels, *ISIJ International*, v. 32, n. 3, p. 326-334, 1992.
- [39] SPEER, J. G., HANSEN, S. S. Austenite recrystallization and carbonitride precipitation in niobium microalloyed steels, *Metallurgical Transactions*, v. 20A, p.25-38, 1989.
- [40] YAMAMOTO, S. et al. *Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite*, TMS-AIME, New York, NY, p.613-638 1980 in SPEER, J. G., HANSEN, S. S. Austenite recrystallization and carbonitride precipitation in niobium microalloyed steels, *Metallurgical Transactions*, v. 20A, p.25-38, 1989.

- [41] WENCHONG, X., et al. Kinetics of strain-induced precipitation of (Nb,V) carbonitride in a microalloyed steel. *Acta Metallurgica Sinica*, v.24, n.5, p.A331-A335, 1988
- [42] PANIGRAHI, B. K., et al. Effect of thermomechanical processing on structure and properties of low carbon steels. *Steel Research*, v.60, n.9, p.407-411, 1989.
- [43] SIMIELLI, E. A., et al. Recrystallization kinetics of microalloyed steels deformed in the intercritical region, *Metallurgical Transactions*, v. 23A, p.5972- 608, 1992.
- [44] VALDES, E., SELLARS, C. M. Influence of roughing passes on kinetics of strain induced precipitation of Nb(C,N), *Materials Science and Technology*, v.7, p. 622-630, 1991.
- [45] KNEISSL, A. C., et al. Influence of processing on the nature of the precipitates in a microalloyed linepipe steel. *Proceedings of the International Conference on Processing, Microstructure and Properties of Microalloyed and Other Modern High Strength Low Alloy Steels*. ed by Iron & Steel Society of AIME, Warrendale, PA, USA, p.145-152, 1992.
- [46] ZOU, H.; KIRKALDY, J.S.. Niobium carbide precipitate growth in a microalloyed steel. *Canadian Metallurgical Quarterly*, v.28, n.2, p.171-177, 1989.
- [47] HEISTERKAMP, F., et al. Heat affected zone properties of thick section microalloyed steels - a perspective. *Welding Research Council Bulletin*, n.373, p.17-24, 1992.
- [48] LIKUN, X., DEZHUANG, Y. Microstructure of low carbon Mn-Nb steel and low carbon Mn-Nb-Ti steel. *Kang Tieh Iron and Steel*, Peking , v.28, n.2, p.56-59, 1993.
- [49] KIRILENKO, V.P., et al. Features of production of low-titanium alloy steel in basic oxygen converter. *Stal*, n.5, p.28-29, 1992.

- [50] SPEICH, G. R., et al. Formation of ferrite from control-rolled austenite, *Phase Transformation in Ferrous Alloys*, ed. by MARDER, A. R. and GOLDSTEIN, J. I., The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, PA, p. 341-389, 1984.
- [51] LAU, T. W., et al. HAZ fracture toughness of titanium containing steels, *Materials Science and Technology*, v. 5, p. 575-583, 1989.
- [52] MEDINA, S. F., MANCILA, J. E. The influence of titanium on the recrystallization of hot deformed austenite and on induced precipitation kinetics, *Scripta Metallurgica et Materialia*, v. 30, p. 73-78, 1994.
- [53] WANG, S. C. The effect of titanium and reheating temperature on the microstructure and strength of plain-carbon, vanadium- and niobium-microalloyed steels, *Journal of Materials science*, v. 25, p. 187-193, 1990.
- [54] GÖRSS, H., et al. Investigations of the influence of titanium addition to the base material on toughness properties of the HAZ. *Steel Research*, v. 63, n. 12, p. 554-557, 1992.
- [55] SIWECKI, T., Proceedings of Conference on HSLA steels: Technology and Applications, Philadelphia, 1983, ed. by M. Korchysky, ASM, Metal Park, OHIO, 1983 p. 619, in WANG, S. C. The effect of titanium and reheating temperature on the microstructure and strength of plain-carbon, vanadium- and niobium-microalloyed steels, *Journal of Materials science*, v. 25, p. 187-193, 1990.
- [56] KORCHYNSKY, M. Microalloying and thermomechanical treatment, In Proceedings Conference on Processing, Microstructure and Properties of HSLA Steels, ed. A. J. DeArdo, TMS, Warrendale, Pennsylvania, p. 169-202, 1987.
- [57] IRVINE, K. J. *Low alloy High Strength Steels*, Metallurgical Co, Freese-Druck, Dusseldorf, p. 1-8, 1970.

- [58] DEARDO, A. J. Multi-phase microstructures and their properties in high strength low carbon steels, Iron and Steel institute of Japan, *ISIJ International*, v. 35, n. 8, p. 946-954, 1995.
- [59] DEARDO, A.J. An overview of microalloyed steels, *8th PTD Conference Proceedings*, The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, PA, p. 67-68, 1988.
- [60] BHOLE, S. D., FOX, A.G. Some Interesting Microstructure in very Low Carbon High Manganese Steels, *Scripta Metallurgica and Materialia*, v. 29, p. 1391-1396, 1993.
- [61] LANZILLOTTO, C. A. N., PICKERING, F. B. Structure-property relationships in dual-phase steels, *Metals Science*, v.16, p. 371-382, 1982.
- [62] CHOGMIM, K. Modeling tensile deformation of dual phase steel, *Metallurgical Transactions*, v. 19A, p. 1263 - 1268, 1988.
- [63] GIORDANO, L. et al, Retained austenite variation in dual phase steel after mechanical stressing and heat treatment, *Materials Science and Engineering*, A131, p. 215-219, 1981.
- [64] HAYAMI, J., FURUKAWA, T. A family of high strength cold rolled steels, in *Microalloying 75*, Vanitech, p. 78-87. 1975.
- [65] RASHID, M. S. A unique high strength sheet steel with superior formability, Technical paper preprint 760206, Society of Automotive Engineers, 1976.
- [66] TAMURA, I. et al. On the strength and ductility of two-phase iron alloys, *Transactions of Iron Steel Institute of Japan*, v.13, p. 283-392, 1973.
- [67] *Formable HSLA and Dual Phase Steels*, ed. A.T. Davenport, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, TMS-AIME, Warrendale, PA, 1977.

- [68] *Structure and Properties of Dual-Phase Steels*, ed. R.A. Kot e J.M. Morris, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers TMS-AIME, Warrendale, PA, 1979.
- [69] *Fundamentals of Dual Phase Steels*, ed. by R.A. Kot, E B.L. Bramfitt, American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers TMS-AIME, Warrendale, PA, 1981.
- [70] SPEICH, G. R. Dual phase steels, *Metals Handbook*, v.1, 10th edition, Ed. by American Society for metals, Materials Park, Ohio, p. 424-429, 1996.
- [71] OWEN, W. S. Can a simple heat treatment help to save Detroit?, *Metals technology* January, p. 1-14, 1980.
- [72] GUIMARÃES, V.A. *Estudo do Comportamento em Fadiga de Aços Bifásicos Obtidos a Partir de Diferentes Microestruturas Iniciais* Guaratinguetá: Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, 1993, 104 p. Dissertação (mestrado).
- [73] CRIBB, W. R., RIGSBEE, J. M. Work hardening behaviour and its relationship to the microstructure and mechanical properties of dual phase steels, in *Structure and Properties of Dual-Phase Steels*, R.A. Kot & J.N. Morris eds., TMS-AIME, Warrendale, p. 91-117, 1979.
- [74] MATLOCK, D. K. A correlation of processing variables with deformation behavior of dual-phase steels, in *Structure and Properties of Dual-Phase Steels*, R.A. Kot & J.N. Morris eds., TMS-AIME, Warrendale, p. 62-90, 1979.
- [75] YI, J. J., et al. Role of retained austenite on the deformation of an Fe-0.07 C - 1.8 Mn - 1.4Si dual-phase steel, *Metallurgical Transactions*, v. 14A, p. 1497-1504, 1983.
- [76] SPEICH, G. R., MILLER, R. L. Mechanical properties of ferrite-martensite steels, in *Structure and Properties of Dual-Phase Steels*, R.A. Kot & J.N. Morris eds., TMS-AIME, Warrendale, p. 145 - 181, 1979.

- [77] JU, Y. L.; Strain partition, uniform elongation and fracture in dual phase steels, *Materials Science and Engineering*, 95, p. 151-165, 1987.
- [78] NAGORKA, M. S., et al. The effect of microstructure and strain rate on the stage III strain hardening and ductility of dual phase steels, *Materials Science and Engineering*, 94, p. 183-193, 1987.
- [79] SAROSIEK, A. M.; OWEN, W. S. The work hardening of dual phase steels at small plastic strains, *Materials Science and Engineering*, v. 66, p. 13-34, 1984.
- [80] KORZEKWA, D. A., et al. Dislocation structure as a function of strain in a dual phase steel, *Metallurgical Transactions*, 15A, p. 1221-1228, 1984.
- [81] DAVIES, R. G. The deformation behavior of a vanadium- strengthened dual phase steel, *Metallurgical Transactions*, v. 9A, p. 41-52, 1978.
- [82] KOO, J. Y., THOMAS, G. Thermal cycling and microstructures for improved properties of Fe-0.12%C-0.5%Mn steels, *Materials Sci. and Engineering*, 24, p. 187-198, 1976.
- [83] KELLY, A., TYSON, W. R. Tensile properties of fibre-reinforced metals: Copper-Tungsten and Copper-Molybdenum, *Journal of Mechanics and Physics of Solids*, v. 13, p. 329-350, 1965.
- [84] GUIMARÃES, V. A., et al. Influência da microestrutura na tenacidade à fratura e no micromecanismo de fratura de um aço API 5L X65, *Anais do IV Congresso de Engenharia Mecânica NNE/96*, UFPE, Recife-PE, p.21-26, 1996.
- [85] SUDO, M., IWAIT, T. Deformation behavior and mechanical properties of ferrite-bainite martensite (triphas-steel). *Transactions ISIJ*, v. 23, p.294-302, 1983.
- [86] SUDO, M. Effect of controlled cooling on the mechanical properties of as hot-rolled multi-phase steel sheets. In *Proc. Accelerated Cooling of Steels*, TMS, AIME, Pittsburgh, p. 501-519, 1985.

- [87] PINTO, T. B. *Propriedades mecânicas de um aço baixo carbono microligado com titânio e nióbio em algumas condições microestruturais*. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1996, 87 p. Dissertação (Mestrado).
- [88] RATNAPULI, R. C. et al. Propriedades mecânicas dos aços bainíticos baixo carbono microligados com Nb. *Anais do 48º Congresso Anual da ABM*, v. 2, Rio de Janeiro, p. 389-407, 1993.
- [89] ROBERTSON, J. M., *Journal of Iron Steel Institute*, n. 119, p. 391, 1929, in WANG, J.J. et al. Fine structure and formation mechanism of bainite in steels. *ISIJ International*, v. 35, n8, p. 992-1000, 1985.
- [90] WANG, J. J. et al. Fine structure and formation mechanism of bainite in steels. *ISIJ International*, v. 35, n8, p. 992-1000, 1985.
- [91] METALS HAND BOOK, Properties and Selection: Irons, steels and high performance alloys, ASM, 10th Edition, ASM, Ed. by American Society for metals, Materials Park, Ohio, p. 126-139, 1996.
- [92] HOF W. M. et al: *High Strength Low Alloy Steels: Metallurgy and Applications*; Ed by ASM International, Materials Park, Ohio, 1986, p. 467-476, in DEARDO, A.J. Multi-phase microstructures and their properties in high strength low carbon steels, Iron and Steel institute of Japan, ISIJ International, v. 35, n. 8, p. 946-954, 1985.
- [93] BHADESHIA, H. K. D. H., EDMONDS, D. V. The mechanism of bainite formation in steels *Acta Metallurgica*, nº 28, p. 1265, 1980.
- [94] YANG, J. R. et al. The effect of compressive deformation on the transformation behavior of an ultra-low-carbon bainitic steel, *International Symposiums on Low Carbon Steels for the 90's*, Ed by Asfahan, R. and Tither, G., The Minerals, Metals & Materials Society, Pittsburg, p. 293-301, 1993.

- [95] WANG, S. C., KÃO, P.W. The effect of alloying elements on the structure and Mechanical Properties of ultra low Carbon Bainitic Steels, *Journal of Materials Science*, n. 28, p. 5169-5175, 1993.
- [96] SANTOS, D. B. The production of poliphasic steels - relation between microstructure and mechanical properties. *International Symposiums on Low Carbon Steels for the 90's*, Ed. by Asfahan, R. and Tither, G., The Minerals, Metals & Materials Society, Pittsburgh, p. 349 - 354, 1993.
- [97] LAWSON, R. D. et al. An etching technique for microalloyed dual-phase steels, *Metallography*, v. 13, p. 71-87, 1980.
- [98] LE PERA, F. S. Improved etching technique to emphasize martensite and bainite in high-strength dual phase steel, *Journal of Metals*, March, p. 38-39, 1980.
- [99] WECK, E., LEISTNER, E. Metallographic instructions for color etching by immersions, *Deutscher Verlag für SCHWEIBTECHNIK (DVS) GmbH*, Dusseldorf, p.1-9, 1996.
- [100] TANAKA, I. Overview of accelerated steel plate. In *Proceedings of Conference of Accelerated Cooling of Rolled Steel*, Ed. by RUDDLE, G. E. and CRAWLEY, A. F., Pergamon Press, Winnepeg, Canada, p. 187-208, 1987.
- [101] PEJAVAR, S. R. Effect of accelerated cooling on the mechanical properties and microstructure of a low carbon microalloyed Steel, *International Symposiums on Low Carbon Steels for the 90's*, ed. by Asfahan, R. and Tither, G., The Minerals, Metals & Materials Society, Pittsburgh, p. 265-271, 1993.
- [102] PARK, S.H. et al. Microstructure and mechanical properties of hot rolled high strenght formable steels for automobile wheels, *International Symposiums on Low Carbon Steels for the 90's*, Ed by Asfahans, R. and Tither, G., The Minerals, Metals & Materials Society, Pittsburgh, p. 355-364, 1993.

- [103] SILVA, I. et al. Comportamento Mecânico de Aços Microligados de alta resistência e baixa liga com microestrutura multiconstituída submetidos a laminação controlada e resfriamento forçado, *Anais do IV Congresso de Engenharia Mecânica Norte-Nordeste NNE/96*, Brasil, Recife, p. 9-14, 1996.
- [104] DIETER, G.E. *Mechanical Metallurgy*, ed. By McGraw Hill Book Company, SI metric edition, London, p.348-374, 1988.
- [105] HERTZBERG, R.W. *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*, ed by John Wiley & Sons, 4th edition, New York , p.315-371, 1996.
- [106] FERREIRA, I. Tenacidade à fratura, em condições elasto-plásticas, das ligas de alumínio de alta resistência do tipo Al-6Zn-2Mg-XCu, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1987. 183p. Tese (Doutorado).
- [107] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Philadelphia. *E - 399*, Standard test methods for plane-strain fracture toughness of metallic materials Philadelphia, 31p., 1995.
- [108] BRITISH STANDARD 7448 - Fracture mechanics toughness tests -Part 1. Method for determination of K_{IC} , critical CTOD and critical J values of metallic materials, 39p., 1991.
- [109] VAREDA, L. V. Avaliação das propriedades mecânicas de fadiga de baixo ciclo e alto ciclo e tenacidade à fratura de um aço inoxidável austenítico do sistema Cr-Mn-N, São Carlos: Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade Estadual de São Paulo, 1997. 233p. Tese (Doutorado).
- [110] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, *E - 813*, Standard test methods for J_{IC} , a measure of fracture toughness. Philadelphia , 12p., 1995.

- [111] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Philadelphia. *E - 1290*, Standard test methods for crack-tip opening displacement (CTOD) fracture toughness measurement. Philadelphia , 10 p., 1995.
- [112] WEELS, A. A. Unstable crack propagation in metals - Cleavage and fast fracture, *Cranfield Crack Propagation Symposium*, 1, p.210 -218, 1961.
- [113] IRWIN, G. R. Analysis of stresses and strains near the end of a crack transversing a plate, Transactions, ASME, Journal of Applied Mechanics , v. 24, 1957, in ROLFE, S. T., BARSON, J. M. Fracture and fatigue control in structures - applications of fracture mechanics, ed. by N. M. NEWMARK and W. J. HALL, Prentice-Hall, New Jersey, p. 516-557, 1971.
- [114] ROLFE, S. T., BARSON, J. M. Fracture and fatigue control in structures - applications of fracture mechanics, ed. by N.M.NEWMARK and W.J. HALL, Prentice-Hall, New Jersey, p. 516-557, 1971.
- [115] HEIN, L. R. O. Princípios básicos - Mecanismos de falhas em metais, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá -SP, p.18-26, 1996.
- [116] FERRANDINI, P.L. Avaliação dos micromecanismos de fratura de um aço microligado ao Ti e Nb em algumas condições microestruturais, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1997, 77 p. Dissertação (mestrado).
- [117] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, *E - 616* standard terminology relating to fracture testing. Philadelphia, 21 p., 1995.
- [118] HERTZBERG,R.W. Deformation and fracture mechanics of engineering materials, ed by John Wiley & Sons, 4th edition, New York , p.261-312, 1996.
- [119] METALS HANDBOOK. Fractography, Modes of fracture. ASM, 10th Edition, Ed. By American Society for Metals, Materials Park, Ohio,v12, p.12-68, 1996.

- [120] TETELMAN, A. S., MCEVILLY, A. J. Fracture of structural materials, John Wiley & Sons, New York, p. 96-111, 1967.
- [121] BROEK, D. Elementary Engineering Fracture Mechanics, 3rd ed., Martins Nijhoff Publishers, Boston, p. 24-66, 1982.
- [122] BATES, R. C. Mechanics and Mechanisms of fracture, American Society of AIME, p.551-570, 1981.
- [123] STRNADEL, B., MAZANEC, K. Low temperature transcrystalline in spheroidized steels. *Acta Metallurgica Materialia*, v. 39, n° 10, p.2461-2468, 1991.
- [124] DEKE, S., HAI, L. J., QIANG, C. Y. Cleavage fracture in high carbon bainite. *Materials Science and Engineering*, A 158, p. 11-19, 1992.
- [125] MEYERS, M. A., CHAWLA, K. K. Principios de Metalurgia mecânica, cap. 3, Ed. Edgard Blucher Ltda., 1982.
- [126] PARK, Y. J. and BERNSTEIN, I. M., The process of crack initiation and effective grain size for cleavage fracture in perlitic eutectoid steel. *Metallurgical Transactions A*, volume 10A, p. 1653-1664, 1979.
- [127] KWON, D., ASARO, R. J. A study of void nucleation, growth, and coalescence in spheroidized 1518 steel. *Metallurgical Transactions A*, v. 21, p. 117-134, 1990.
- [128] MISRA, R. D., RAO, P. R. Grain boundary segregation in a low alloy steel under tensile loading conditions. *Acta Metallurgica Materialia*, v. 40, n° 6, p. 1223-1228, 1992.
- [129] CHEN, S. F. et al. The effect of phosphorus segregation on the intermediate-temperature embrittlement of ferritic, spheroidal graphite cast iron. *Metallurgical Transactions A*, v. 25, p. 557-561, 1994.

- [130] AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, API 5L; Specification for line pipe. Washington, 35p, 1991.
- [131] RICHTER, J. et al Influence of Mn and Si contents on structure and mechanical properties of ferritic-perlitic HSLA steels, *Steel Research*, v. 64, n° 5, 1993.
- [132] CALLISTER, W. D. Materials science and engineering - An introduction, ed. by John Wiley & Sons, 4th edition, New York, , p. 269-288, 1996.
- [133] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Philadelphia. E - 8, standard test methods for tension testing of metallic materials. Philadelphia 21p., 1995.
- [134] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, Rio de Janeiro. NBR - 6152; Determinação das propriedades mecânicas à tração de materiais metálicos. Rio de Janeiro, 14 p., 1980.
- [135] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, Philadelphia. E - 92, standard test methods for Vickers hardness of metallic materials. Philadelphia, 9p., 1995.
- [136] LEPERA, F. S. Improved etching technique for the determination of percent martensite in high-strength dual-phase steels. *Metallography*, v. 12, p. 263-268, 1979.
- [137] PADILHA, A. F., FILHO, F. A. Técnicas de análise microestrutural. São Paulo: Hemus editora limitada, 190p., 1985.
- [138] PARKER, E. R. Interrelations of compositions, transformation kinetics, morphology and mechanical properties of alloy steel, *Metallurgical Transactions*, v. 8A, p. 1025-1042, july, 1977.
- [139] COLOMBAROLLI, W. Austenita residual - estudo da sua formação, transformação e estabilização, *Metalurgia-ABM*, v.26, n.148, p. 213-229, março 1970.

- [140] ROTHERY, W.H. *Estruturas das ligas de ferro- Introdução Elementar*, Ed. Edgard Blucher Ltda, p. 142 a 163, 1968.
- [141] SANTOS, D.B. Estudo dos mecanismos de fratura em aço Nb-V com microestrutura multiconstituída, *Anais do IV Congresso de Engenharia Mecânica-NNE/96*, Brasil, Recife - PE, p.27-32. 1996.
- [142] KOBAYASHI, Y., GOMES, S. I. N., SPINELLI, D. Influência de microfases na tenacidade de metais depositados por arco submerso com adição de pó metálico, *Metallurgia - ABM*, V. 51, n. 442, p. 528-534, junho, 1995.
- [143] HRIVNAK, I., MATSUDA, F., IKEUCHI, K. Investigation of metallography and behavior of M-A constituent in weld HAZ of HSLA steels, *Transactions of JWRI*, vol. 21. N.2, p. 241-250, 1992.
- [144] AKSELSSEN, O. et al. Effects of martensite-austenite (M-A) islands on intercritical heat-affected zone toughness of low carbon microalloyed steels, *Scandinavian Journal of Metallurgy*, vol. 17, p. 194-200, 1988.
- [145] SAKUMA, Y. MATLOCK D. K. KRAUSS, G. Effect of molybdenum on microstructure and mechanical properties of intercritically annealed and isothermally transformed low carbon steel, *Materials Science and Technology*, vol. 9, p. 718-724, 1993.
- [146] AKSELSSEN, O., RORVIK, G., KLUKEN, A. O. Prediction of tensile properties of intercritical heat affected zone, *Materials Science and Technology*, vol. 10, p. 75-80, 1994.
- [147] DOGAN, B., COLLINS, L.E., BOYD, J.D. Effects of thermomechanical processing on the microstructure and mechanical properties of a Ti-V-N steel, *Metallurgical Transactions*, Vol. 19 A, p. 1221-1234, 1988.

- [148] ZHAO, J. Continuous Cooling Transformation in Steels, *Materials Science and Technology*, vol. 8, November, p. 997-1003, 1992.
- [149] ATKINS, M. Atlas of continuous cooling transformation diagrams for engineering steels, American Society for Metals, ASM, p.44-58, 1980.
- [150] REED-HILL, R. Princípios de Metalurgia Física, 2ª edição, Rio de Janeiro, Guanabara Dois, P. 520-558, 1982.
- [151] CRIBB, W. R., RIGSBEE, J. M. Work hardening behavior and its relationship to the microstructure and mechanical properties of dual phase steels, in *Structure and properties of dual phase steels*, R.A. Kot & J.N. Morris, TMS-AIME, Warrendale, p. 91-117, 1979.
- [152] GORNI, A. A., BRANCUINI, O.L.G. A produção de chapas de aço bifásico, *Maquinas e metais*, abril, p.84-89, 1989
- [153] JEONG, W.C., KIM,C.H. Deformation characteristics of retained ferrite and transformed ferrite in a dual phase steel, *Metallurgical Transactions*, v. 18A, 629-635, 1987.
- [154] LI, J. C. M., CHOU, Y. T. The role of dislocations in the flow stress grain size relationships. *Metallurgical Transactions*, v.1, may, p.1145-1159, 1970.
- [155] HERTZBERG, R.W. Deformation and fracture mechanics of engineering materials, 4th. Edition, New York. John Wiley & Sons, Cap. 10: Microstructural aspects of fracture toughness, p.405-481, 1989.
- [156] MONDAL, D. K., DEY, R. M. Effect of grain size on the microstructure and mechanical properties of a C-Mn-V dual-phase steel, *Materials Science and Engineering*, A149, p. 173-181, 1992.

- [157] SUGIMOTO, K. I. et al. Ductility and strain-induced transformation in a high-strength transformation-induced plasticity-aided dual-phase steel, *Metallurgical Transactions A*, vol. 23, November, p.3085-3091, 1992.
- [158] KUMAR, A. N. E., BASU, S. N. Manganese partitioning and dual-phase characteristics in a microalloyed steel, *Journal of Materials Science*, vol. 16, p.2089-2092, 1991.
- [159] BARNES, A.M. Proceeding of. International. Conference on Offshore mechanics and arctic engineering, American Society of Mechanical Engineering, New York, vol. 3A, p.49-54, 1991.
- [160] BROOKS, C.R. ASHOK,C. Metallurgical Failure Analysis, McGraw-Hill, New York, p. 119-211, 1993.
- [161] MODER, A. R. Deformation characteristics of dual-phase steels, *Metallurgical Transactions*, vol. 13A, p. 85-92, 1992.
- [162] SUI XIAOHONG et al. An investigation of structure and properties of low carbon Si-Nb dual phase steel, *International Symposium on Low-Carbon Steels for the 90's*, Ed. by R. Asfahani and G. Tither, The Minerals, Metals & Materials Society, p.257-264, 1993.
- [163] CHAGAS, J. F., HASHIMOTO, T. M. Análise fractográfica de um aço bifásico deformado a frio e envelhecido à temperatura ambiente, *Anais do IV Congresso de Engenharia Mecânica - NNE/96*, Brasil, Recife - PE, p. 39-44, 1996.