ESTRUTURA, TEXTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE AÇOS MICROLIGADOS AO NIÓBIO COM BAIXO E ALTO TEOR DE MANGANÊS

BÁRBARA FERREIRA DE OLIVEIRA

UNIVERSIDADE ESTADUAL DO NORTE FLUMINENSE - UENF

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ

ABRIL - 2019

ESTRUTURA, TEXTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE AÇOS MICROLIGADOS AO NIÓBIO COM BAIXO E ALTO TEOR DE MANGANÊS

BÁRBARA FERREIRA DE OLIVEIRA

"Tese de Doutado apresentada ao Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências necessárias para a obtenção do Título de Doutora em Engenharia e Ciência dos Materiais."

Orientador: Prof. Luis Augusto Hernandez Terrones

CAMPOS DOS GOYTACAZES - RJ

ABRIL - 2019

ESTRUTURA, TEXTURA E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE AÇOS MICROLIGADOS AO NIÓBIO COM BAIXO E ALTO TEOR DE MANGANÊS

Bárbara Ferreira de Oliveira

"Tese de Doutorado apresentada ao Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, como parte das exigências necessárias para a obtenção do Título de Doutora em Engenharia e Ciência dos Materiais."

Aprovada em 29 de Abril de 2019.

Comissão Examinadora:

Prof. Eduardo Atem de Carvalho (Ph.D., Engenharia e Ciência dos Materiais) – UENF.

Prof^a. Lioudmila Aleksandrovna Matlakhova (Ph.D., Ciência de Materiais Metálicos e Tratamentos Térmicos) – UENF.

Prof. Sérgio Souto Maior Tavares (D.Sc., Engenharia e Ciência dos Materiais) – UFF.

Prof. Luis Augusto Hernandez Terrones (D.Sc., Engenharia e Ciência dos Materiais) – UENF (Orientador)

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao meu orientador, professor Luis Augusto Hernandez Terrones, pela confiança e apoio.

Aos meus professores, que já se foram e ainda estão entre nós, por todo conhecimento compartilhado.

Meus sinceros agradecimentos à ArcelorMittal Tubarão e aos seus funcionários Márcia Spelta Oliveira, Edgar Oliveira, Wagner Souza e João Batista pelo fornecimento do material e realização de ensaios mecânicos de Charpy e Tração.

Aos professores Leonardo Godefroid (UFOP) e Milton Sérgio F. de Lima (ITA), pelo auxílio nos ensaios de mecânica da fratura.

Ao engenheiro do Instituto de Aeronáutica e Espaço, Douglas Henrique da Silva Costa, que, apesar dos problemas de saúde, não mediu esforços para me ajudar na realização dos ensaios de propagação de trinca em fadiga.

Ao engenheiro da Welding, Carlos Zampieri, pela realização dos ensaios de integral J.

À técnica, Carla Brandão Woyames, pelo auxílio durante a preparação das amostras para microscopia eletrônica de transmissão.

Ao mestre Ronald Witt da EBSD Analytical pelas análises de difração de elétrons retroespalhados.

Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica de Varredura e Transmissão (IME) e ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE / DEMa / UFSCar).

Ao técnico do laboratório de Metalografia, Silvio, pelo auxílio nos ensaios.

À secretária do LAMAV Shirlene por toda ajuda, conselhos e também por permitir que eu, em determinados momentos, invadisse a secretaria.

Aos meus amigos, Márcia e Lucivan, que desde a graduação ajudaram a acreditar mais em mim.

Agradeço à minha mãe por ter me apoiado incondicionalmente as minhas escolhas ao longo da vida.

Por fim, agradeço a Deus por tudo.

SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS	vii
RESUMO	xvi
ABSTRACT	xvii
CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO	18
1.1 ASPECTOS GERAIS	18
1.2 OBJETIVOS	19
1.3 JUSTIFICATIVAS	20
1.4 INEDITISMO	21
CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
2.1 Efeito dos elementos de liga nos aços ARBL	22
2.1.1 Nióbio	26
2.1.2 Manganês	35
2.2 Fratura dúctil e frágil	37
2.2.1 Origem das Trincas	37
2.2.2 Fratura por coalencência de cavidades	41
2.2.3 Fratura por Clivagem	45
2.2.4 Ensaio de Impacto Charpy	50
2.3 Propagação da Trinca em Fadiga	52
2.3.1 Fechamento de trinca	57
2.4 Caracterização por EBSD (aplicações em aços microligados)	59
CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS	68
3.1 Materiais Utilizados	68
3.2 Métodos	69
3.2.1 Caracterização Micro e Subestrutural	70
3.2.1.1 Preparação Metalográfica para MC e MEV	70
3.2.1.2 Preparação Metalográfica para MET	70
3.2.1.3 Análise quantitativa do tamanho de grão e das partículas	71
3.2.1.4 Análise quantitativa da fração volumétrica das fases	71
3.2.2 Análise da Microtextura e da Mesotextura	71
3.2.3 Ensaios Mecânicos	72
3.2.3.1 Ensaios de Microdureza e Dureza Vickers	72
3.2.2.3 Ensaio de tração	72

3.2.3.2 Ensaio de Impacto Charpy	73
3.2.2.4 Ensaios de propagação de trincas por fadiga	73
CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO	78
4.1 Caracterização Microestrutural e Substrutural	78
4.1.1 Microscopia Confocal	78
4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura	83
4.1.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão	86
4.2 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)	104
4.2.1 Análise da Microtextura dos aços A e B	104
4.2.2 Análise da mesotextura dos aços A e B	111
4.3 Propriedades Mecânicas	117
4.3.1 Dureza e Microdureza	117
4.3.2 Comportamento Mecânico em Tração	118
4.3.3 Tenacidade ao Impacto	124
4.3.4 Análise da propagação de trinca em fadiga	132
CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES	138
CAPÍTULO 6: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	140
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	141

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Tensão de escoamento versus temperatura de transição dúctil-frágil para
vários aços ARBL (Tisza, 2002)23
Figura 2. Consumo do nióbio por aplicação (Gupta e Suri, 1993)26
Figura 3. Diagrama de fase Fe-Nb (ASM Handbook, 1993)27
Figura 4. Diagramas esquemáticos da evolução microestrutural durante a deformação
(reaquecimento de 1100°C). a) aço C-Mn; b) aço microligado ao nióbio (Hong et al.,
2003)
Figura 5. Fluxograma indicando as diferentes funções do nióbio durante o processo
termomecânico (Thillou <i>et al.</i> , 1998)34
Figura 6. Ilustração de diferentes tipos de origem de trincas: a) incompatibilidade
elástica, b) deformação plástica em sólidos cristalinos, c) fibrilação (crazing), d)
coalescência de cavidades plásticas, e) escorregamento dos contornos, f) superfícies
frágeis (Hull, 1999)40
Figura 7. Esquema ilustrativo dos principais mecanismos de fraturas encontrados em
metais e ligas: a) coalescência de cavidades plásticas (fratura dúctil); b) clivagem; c)
fratura intergranular (ASM Handbook, 1987)41
Figura 8. Esquema ilustrativo do processo de fratura por tração de um material dúctil
após a estricção (ASKELAND, 2010)42
Figura 9. As três zonas distintas na superfície da fratura de um material dúctil que
falhou sob tensão trativa (Ramachandran <i>et al</i> ., 2005)42
Figura 10. A) modo I: abertura ou tração - microvazios equiaxiais, b) modo II:
cisalhamento - microvazios alongados em sentidos opostos nas duas superfícies, c)
modo III: rasgamento - microvazios alongados apontam para a direção de origem da
fratura (ASM Handbook, 1987)43
Figura 11. Exemplos fractografias. A) pequenos e grandes microvazios na superfície
de fratura de um aço ferramenta martêmperado - os pequenos microvazios são
associados com numerosas partículas pouco espaçadas; b) pequenas e grandes
inclusões de sulfetos no aço servem como sítios para nucleação de vazios (ASM
Handbook, 1987)44
Figura 12. Ruptura por microvazios intergranulares numa amostra de aço (ASM
Handbook, 1987)45

Figura 13. Diferentes tipos de microvazios formados durante coalescência de microvazios. a) microvazios cônicos em um aço mola, b) microvazios rasos num aço maraging (ASM Handbook, 1987).....45 Figura 14. Facetas de clivagem na fractografia de um aço microligado – a seta aponta para o sítio de nucleação (Yan et al., 2007)......46 Figura 15. Eventos básicos considerados no modelo da fratura frágil. D: tamanho do grão, c: tamanho do carbeto, fator intensidade de tensão local de bloqueio característico da interface carbeto/ferrita, fator intensidade de tensão local de parada Figura 16. Probabilidade de falha cumulativa (Pf) versus tenacidade à fratura crítica (J_C). Comparação da tenacidade à fratura crítica obtida pelo modelo estatístico de Weilbull modificado com o valores medidos em corpos de prova a) SE(B); b) C(T) (Gao Figura 17. Esquema ilutrativo para discernir o processo de fratura de um corpos de prova de Charpy com entalhe em V......51 Figura 18. Comprimento da trinca em função dos ciclos (Campbell, 2002).53 Figura 19. Curva de propagação de trinca para carregamenco cíclico (Campbell, Figura 20. Esquema ilustrativo dos mecanismos que promovem a retardo do crescimento da trinca sob amplitude de fadiga constante. a) fechamento induzido por plasticidade; b) fechamento induzido por óxido; c) fechamento induzido por rugosidade; d) fechamento induzido por fluido viscoso; e) fechamento induzido por transformação de fase; f) deflexão da trinca; g) ponteamento da trinca por fibras; h) Figura 21. Formação dos padrões de Kikuchi na geometria do MET (Engler e Randler, Figura 22. Padrão EBSD para o cobre (voltagem de aceleração de 15 kV) (Engler e Randler, 2010)......61 Figura 23. Ilustração da formação dos padrões de Kikuchi no EBSD do MEV (Engler Figura 24. a) Figura de polo inversa do plano RD-TD; b) distribuição dos grãos {100} Figura 25. a) distribuição da orientação em diferentes seções φ_2 (plano RD-TD com eixo x da varredura paralelo à direção de laminação); b) seção $\varphi_2 = 45^{\circ}$; c) fração

volumétrica de planos paralelos à superfície de fratura nas orientações RD e TD com ângulo limiar de ± 15º (Sasidhar et al., 2017).....64 Figura 26. a) faceta de clivagem do aço processado por laminação controlada; b) figura de polo inversa das orientações detectadas na superfície de fratura (Bhattacharjee *et al.*, 2004).....65 Figura 27. Microtrincas de clivagem obtidas com ensaios de emissão acústica interrompidos. a) Superfície de fratura após proágação da trinca de fadiga com algumas indexações. b) Mapa EBSD da seção polida. As linhas finas e grossas denotam os contornos de baixo e alto ângulo, respectivamente. c) Micrografia eletrônica de varredura e análise da desorientação ao longo do trajeto da trinca mostrando o bloqueito das trincas em contornos de alto ângulo (mesma área da figura b) (Lambert-Perlade *et al.*, 2004)67 Figura 30. Corpo de prova Compact Tension C(T). W = 50 mm, B = 6,25 mm......74 Figura 31. Detalhes do entalhe dos corpos de prova C(T)......74 Figura 33. Microestrutura (MC) do aço A nos planos a) ND – TD; b) ND – RD; c) RD – Figura 34. Microestrutura (MC) do aço B nos planos a) ND – TD; b) ND – RD; c) RD – TD.80 Figura 35. Tamanho de grão médio dos aços A e B81 Figura 36. Tamanho de grão ASTM dos aços A e B81 Figura 37. Fração volumétrica de partículas de segunda fase para os aços A e B...82 Figura 39. Espectros da microanálise EDS dos pontos mostrados na Figura 38.....83 Figura 40. Micrografia do aço B (a) e os respectivos espectros dos pontos 1-5......84 Figura 41. Micrografias do aço B em menor (a) e maior (b) ampliação......85 Figura 42. Micrografia do aço B (a) e os respectivos espectros dos pontos 1-3......85 Figura 43. Imagens em campo claro (a, c, e) e campo escuro (b, d, f) da microestrutura e substrutura do aço A com baixos e grandes aumentos. Observa-se grãos e subgrãos

Figura 44. (a) grão e subgrãos de ferrita; (b) pequenas partículas e discordâncias; (c)
imagem em campo escuro da área A; (d) figura de difração da área A com spot
utilizado para imagem (c)
Figura 45. Imagem de TEM em campo claro correspondendo a precipitados elipsoides
e matriz ferrítica
Figura 46. Espectros da microanálise das áreas apresentadas na Figura 4589
Figura 47. Imagens de STEM de partículas de segunda fase irregulares em campo
claro (a) e campo escuro (b)90
Figura 48. Espectros da microanálise EDS dos pontos da Figura 47 a) ponto 1; b) ponto 2
Figura 49. Mapeamento elementar por dispersão de raios X92
Figura 50. Imagem em campo escuro em regiões contendo nanoprecipitados (a e c) e
suas respectivas figuras de difração (b e d)93
Figura 51. Imagens em campo escuro referentes aos spots 1 e 2 da figura de difração
(Figura 52)
Figura 52. Figura de difração com feixe alinhado à direção [111] (a) e indexação dos
spots da matriz ferrítica (b)94
Figura 53. Micrografias de STEM em campo claro (a-c) e campo escuro (b-b)96
Figura 54. Micrografia em campo escuro (a) e mapeamento de raios X característicos
(b-f)97
Figura 55. Micrografias STEM em campo claro (a) e campo escuro (b)97
Figura 56. Micrografias em campo escuro (TEM) das partículas apontadas na Figura
55
Figura 57. Espectro da ponto 1 da Figura 5598
Figura 58. Espectro do ponto 2 da Figura 5599
Figura 59. Espectro do ponto 3 da Figura 5599
Figura 60. Espectro do ponto 4 da Figura 55100
Figura 61. Micrografias STEM em campo claro (a) e campo escuro (b)100
Figura 62. Micrografias em campo escuro (TEM) das partículas apontadas na Figura
61100
Figura 63. Espectro do ponto 1 da Figura 61101
Figura 64. Espectro do ponto 2 da Figura 61101
Figura 65. Espectro do ponto 3 da Figura 61101
Figura 66. Espectro do ponto 4 da Figura 61102

Figura 67. Imagem em campo claro (a); campo escuro (b) e figura de difração de área selecionada (c)......103 Figura 69. Figura de polo inversa do plano RD-TD do aço A (a) e B (b)......105 Figura 70. Figuras de polo inversa das direções ND, RD e TD do aço A......106 Figura 71. Figuras de polo inversa das direções ND, RD e TD do aço B......106 Figura 72. Volume (%) de direções paralelas ao eixo ND, RD e TD (15º de tolerância). Figura 73. Transformação da textura na seção Φ₂ da função de distribuição de orientações cristalográfica do aço A varrido no plano RD-TD escaneado com eixo x paralelo à 0° da direção RD.108 Figura 74. Transformação da textura na seção Φ_2 da função de distribuição de orientações cristalográfica do aço B varrido no plano RD-TD escaneado com eixo x paralelo à 0º da direção RD.108 Figura 75. Função de distribuição de orientações cristalográficas nos aços A (a) e B (b). Seção Φ₂ =0°......109 Figura 76. Função de distribuição de orientações cristalográficas nos aços A (a) e B (b). Seção Φ₂ =45°.....110 Figura 77. Mapa de grãos segundo tamanho de grão apresentado no histograma do tamanho de grão para o aço A (a) e B (b).....111 Figura 78. Histograma da desorientação entre os grãos......112 Figura 79. Mapa dos contornos de ângulo segundo o grau de desorientação entre os grãos do aço A (a) e B (b).....113 Figura 80. Mapa de desorientação média de Kernel a) Aço A; b) Aço B114 Figura 81. Fração de contornos de baixo ângulo, CSL e alto ângulo......115 Figura 82 – Sítios de coincidência da rede dos aços A e B obtidos por EBSD. 116 Figura 84. Dureza (HV2) dos aços A e B118 Figura 85. Curvas tensão versus deformação do aço A na direção L......118 Figura 86. Curvas tensão versus deformação do aço A na direção T......119 Figura 87. Curvas tensão versus deformação do aço B na direção L......119 Figura 88. Curvas tensão versus deformação do aço B na direção T......120 Figura 89. Limite de escoamento e resistência à tração dos aços A e B nas direções L e T......121

Figura 90. Ductilidade dos aços A e B nas direções L e T......122 Figura 93. Fractografias (x500) dos corpos de prova de Charpy do Aço A......125 Figura 94. Fractografia do aço A ensaiado a -80°C e microanálise EDS pontual...126 Figura 95. Fractografia do aço A ensaiado a -90°C e microanálise EDS pontual ...126 Figura 96. TRS: -53,33°C (50% dúctil – 50% frágil) – Temperatura de transição do aço B determinada de acordo com aparência de fratura. TRE: -47,82°C127 Figura 99. Fractografia do aço B ensaiado a -20°C e microanálise EDS pontual ...130 Figura 100. Fractografia do aço B ensaiado a -40°C e microanálise EDS pontual .130 Figura 101. Fractografia do aço B ensaiado a -90°C e microanálise EDS pontual .131 Figura 103. Taxa de propagação de trinca versus variação do fator intensidade de Figura 104. Log da/dN versus log ΔK a) Aço A; b) Aço B. Equações de Paris determinadas para cada orientação.....135 Figura 105. Grau de fechamento da trinca (U) versus tamanho da trinca normalizado.

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Efeito dos elementos nos aços microligados24
Tabela 2. Resultados encontrados nos ensaios de propagação de trinca em fadiga
para diferentes aços microligados do tipo API 5L56
Tabela 3. Composição química (% em peso) dos aços estudados neste trabalho68
Tabela 4. Dimensões dos corpos de prova de tração do tipo dog bone72
Tabela 5. Direções cristalográficos predominantes dos grãos paralelos aos eixos ND,
RD e TD
Tabela 6. Módulo de elasticidade (GPa) dos aços A e B medidos nas direções L e T

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Al – Alumínio

- ARBL Alta rresistência baixa liga
- C constante da Equação de Paris
- CCD charge coupled device
- C(T) corpo de prova compact test
- a/W tamanho da trinca normalizado
- $\frac{da}{dN}$ taxa da propagação da trinca
- FATT temperatura de transição dúcil frágil
- Fe Ferro
- FEG Field Electron Gun
- EBSD Electron Backstatter Diffraction (difração por elétrons retroespalhados)

EDS -

- K_{máx}- fator intensidade tensão máximo;
- K_{op}- fator intensidade de tensão no nível de tensão de abertura
- L direção de laminação (longitudinal à placa de laminação)
- m constante da Equação de Paris
- MEV microscopia eletrônica de varredura
- MET microscopia eletrônica de transmissão
- Mn Manganês
- Mo Molibdênio
- n expoente de encruamento
- N Nitrogênio
- Nb Nióbio
- ND normal direction (direção normal à laminação)
- RD rolling direction (direção de laminação)
- SE(B) corpo de prova single-edge (bend)
- T direção transversal à placa de laminação
- TD transversal direction (direção transversal à laminação)
- Ti Titânio
- U grau de fechamento da trinca
- V Vanádio
- Zr Zircônio

- $\Delta \text{K-}$ variação do fator intensidade de tensão
- ΔK_{th} variação do fator intensidade de tensão limiar
- ϵ_v deformação verdadeira
- σ tensão
- σ_{eff} tensão efetiva normal
- $\sigma_n~$ é a tensão normal no plano da microtrinca
- σ_v tensão verdadeira
- τ é a tensão de cisalhamento máxima
- ν é o coeficiente de Poisson

RESUMO

A necessidade do uso de materiais em ambientes hostis que apresentem desempenho adequado é um dos fatores que impulsionam o aprimoramento dos aços microligados. Neste trabalho, foram analisadas a micro e a subestrutura, bem como a microtextura, a mesotextura e as propriedades mecânicas de aços microligados ao nióbio com baixo (aço A) e alto teor de manganês (aço B). A caracterização estrutural foi realizada por meio das técnicas de microscopia confocal (MC), microscopia eletrônica de varredura (MEV) com espectrometria de raios X por energia dispersiva (EDS) e difração de elétrons retroespalhados (EBSD) e também microscopia eletrônica de transmissão (MET). Para determinação das propriedades mecânicas, foram realizados os ensaios de microdureza, dureza, impacto Charpy, tração e taxa de propagação da trinca em fadiga, sendo estes dois últimos ensaios realizados nas direções paralela e transversal à laminação. Verificou-se que o aço A apresenta microestrutura constituída de grãos ferríticos poligonais e quase-poligonais em decorrência da formação de nanoprecipitados de Nb e Ti. Em contrapartida, o aço B também é constituído microestruturalmente de ferrita acicular e maior fração volumétrica de partículas de segunda fase, tal como a cementita. O maior tamanho de grão efetivo do aço B foi associado ao acúmulo de Nb em partículas de MnS. A existência de maior fração de grãos com planos de deslizamento primário {110}||TD resultou na anistropia das propriedades mecânicas. Embora tenha sido evidenciada maior microdureza da ferrita acicular, verificou-se que a fração volumétrica presente deste constituinte, o maior tamanho de grão efetivo da ferrita e maior guantidade de cementita do aço B foi responsável menor dureza, resistência mecânica, maior temperatura de transição dúctil-frágil e também menor resistência à propagação da trinca de fadiga.

Palavras-chave: aços microligados; nióbio; textura; estrutura; propriedades mecânicas.

ABSTRACT

Applications requiring materials with adequate performance in hostile environments is one of the factors that drive the improvement of microalloyed steels. In this work, the micro and the substructure, as well as the microtexture, mesotexture and mechanical properties of niobium steels with low (A steel) and high manganese (B steel) were analyzed. Structure characterization was performed using confocal microscopy, scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) and electron backscattered diffraction as well as transmission electron microscopy. Microhardness, hardness, Charpy impact, tensile and propagation rate of fatigue crack tests were carried out to determine mechanical properties, the latter two were carried out in the parallel and transverse directions to the rolling. It was verified that the steel A presents microstructure consisting of polygonal and quasi-polygonal ferritic grains due to the formation of nanoprecipitates of Nb and Ti. In contrast, steel B is also microstructurally constituted of acicular ferrite and greater volumetric fraction of second particles phase, such as cementite. The largest effective grain size of steel B was associated with the accumulation of Nb in MnS particles. The existence of larger grain fractions with {110}||TD primary slip planes resulted in the xviinisotropy of the mechanical properties. Although a higher microhardness of the acicular ferrite was evidenced, it was verified that the volumetric fraction of this constituent, the greater effective grain size of the ferrite and amount of cementite of the B steel was responsible for lower hardness, stress strength, higher ductile-brittle transition temperature and also less fatigue crack propagation resistance.

Keywords: microalloyed steels; niobium; texture; structure; mechanical properties.

CAPÍTULO 1: INTRODUÇÃO

1.1 ASPECTOS GERAIS

A necessidade de obter materiais que proporcionassem uma combinação de baixo custo, alta resistência em conjunto com elevada tenacidade e soldabilidade impulsionou o desenvolvimento dos aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) microligados. Desde então, as pesquisas elaboradas sobre estes aços têm sido direcionadas de modo que estes materiais possam suportar ambientes cada vez mais hostis e atender a padrões mais altos de segurança (Bott *et al.*, 2005).

Os aços ARBL microligados são assim chamados porque possuem em sua composição química elementos microligantes formadores de carbetos e nitretos (V, Nb e Ti), que atuam principalmente no aumento da resistência através do refino de grão, além de retardar a recristalização, diminuir a temperatura de transformação e, consequentemente, favorecer a formação de constituintes de temperaturas mais baixas. Sua boa plasticidade e soldabilidade se devem ao baixo teor de carbono (0,05 a 0,25% em peso), capaz de diminuir significativamente a formação de fases duras responsáveis pela redução da tenacidade. Além dos elementos acima citados, esses aços possuem manganês como o único elemento de liga importante (1-1,7% em peso) e podem conter pequenas porcentagens de cromo, níquel, molibdênio, cobre, nitrogênio e zircônio, os quais são utilizados em várias combinações (ASM Handbook, 1990; Davis, 2001; Kim *et al.*, 2007; Tisza, 2002).

Embora todos os aços sejam fabricados com adição de manganês a fim de evitar a formação de FeS, a redução do teor deste elemento é importante uma vez que várias falhas de aços microlicroligados utilizados em ambientes *sour service* foram associadas ao mecanismo de fragililização pelo hidrogênio causada por sulfeto de manganês (Gray, 2012). Recentemente, Avilés *et al.* (2019) analisou a susceptibilidade à fragilização pelo hidrogênio de um aço API X80 verificando que o mesmo não é adequado para aplicações *sour service* devido à presença de inclusão MnS no caminho da propagação da trinca.

Em vista disso, o uso de elementos microligantes torna-se importante a fim de garantir que, com a diminuição do teor de manganês, sejam adquiridas as propriedades mecânicas necessárias para a aplicação num ambiente *sour service*. Para o Brasil, torna-se interessante que o nióbio seja utilizado como elemento de

microligante, não só devido aos seus efeitos metalúrgicos, mas também pela abundância do seu minério em relação às outras nações.

Além da redução de manganês, a adição de cálcio em aços microligados do tipo ARBL já é utilizada com objetivo de reduzir da susceptibilidade às trincas induzidas pelo hidrogênio, por meio da prevenção da formação de MnS durante a solidificação e a modificação das morfologias de aluminatos, sulfetos e silicatos para globular, uma vez que estas inclusões tornam este material muito susceptível à fragilização pelo hidrogênio, fator muito preocupante, principalmente na aplicação em dutos e tubulações em *sour service* (Cicutti *et al.*, 1997; Holappa *et al.*, 2003; Turkdogan, 1996).

Devido à importância dos aços ARBL microligados na atualidade para exploração e transporte de petroleo e gás, este projeto tem como principais finalidades avaliar o efeito da diminuição de Mn sobre a micro e subestrutura de aços microligados ao Nb e Ti contendo 0,26%p. e 1,07%p. de Mn. Para compensar a diminuição de Mn, foi aumentado o teor de Nb, reduzida a porcentagem de carbono e ainda adicionados outros elementos de liga num teor total aproximado à quantidade de Mn reduzida. Foram analisadas as propriedades mecânicas de tração e a propagação da trinca de fadiga nas direções paralela e transversal à laminação e também determinada a temperatura de transição dúctil-frágil destes aços. A análise da microtextura e mesotextura por difração por elétrons retroespalhados (EBSD) em associação com o estudo composicional das fases outras análises, mostraram-se fundamentais para a compreensão do efeito dos elementos de liga sobre a microestrutura e o comportamento mecânico.

1.2 OBJETIVOS

Este trabalho tem como objetivo geral o estudo da estrutura, bem como do comportamento mecânico de dois aços microligados laminados a quente que apresentam diferentes porcentagens de nióbio com alto e baixo teor de manganês a fim de propor ajustes composicionais que proporcionem a otimização do comportamento mecânico.

Os objetivos específicos do trabalho foram:

 Verificar a distribuição e efeito dos elementos de liga e microliga na microestrutura e na subestrutura dos aços mediante microscopia confocal, microescopia eletrônica de varredura e de transmissão;

• Analisar a microtextura de cada aço, identificando os principais componentes de textura por meio da técnica de difração de elétrons retroespalhados;

 Analisar a mesotextura dos dois aços a fim de determinar o tamanho de grão ferrítico efetivo, o grau de desorientação entre os grãos e as características dos contornos por intermédio da técnica de difração de elétrons retroespalhados;

• Determinar as propriedades mecânicas de dureza e de tração nas direções de laminação (L) e transversal à laminação (T);

 Analisar o comportamento em impacto no intervalo de temperatura de 23°C a -90°C e identificar os micromecanismos de fratura, além dos sítios de nucleação das trincas;

Analisar a resistência à propagação de trincas em fadiga nas orientaçõs T-L e
 L-T mediante da determinação dos coeficientes de equação de Paris.

1.3 JUSTIFICATIVAS

No cenário mundial, é exigido o uso de aços microligados em ambientes cada vez mais hostis. No Brasil e principalmente da região Norte Fluminense, estes aços são utilizados em estruturas *offshore*, em tubulações e em vasos de pressão. O manganês, embora seja elemento liga fundamental para os aços, forma MnS. Esta inclusão foi associada muitas vezes como causa da fragilização pelo hidrogênio (Gray, 2012). Tendo em vista a demanda do setor por novas redes de tubulações para ambientes *sour service*, existe a necessidade de aprimoramento destes aços a fim de aumentar a resistência à fragilização pelo hidrogênio.

Sendo assim, este trabalho, além de científico, também possui justificativas econômicas e tecnológicas, visto que através deste estudo será possível verificar se a redução de Mn pode ser compensada pela adição de Nb e outros elementos de liga a fim de garantir propriedades mecânicas que são essenciais para a utilização em dutos de petróleo e ainda uma melhor resistência à fragilização pelo hidrogênio em decorrência da diminuição de Mn. Os resultados desta tese proporcionam à indústria

uma abordagem para a melhoria da confiabilidade de dutos de transporte de gás e óleo, além de propor uma nova combinação de elementos de liga.

1.4 INEDITISMO

O ineditismo desta tese consiste na análise do efeito da diminuição do teor de manganês sobre a estrutura, textura e as propriedades mecânicas de aços microligados. Para suprir a diminuição do teor de Mn de 1,070% p. para 0,260 p., foram adicionados outros elementos, como Cr, Cu, Ni, Nb, Ti e Ca, cujo somatório se aproxima ao teor de Mn reduzido. Ainda foi reduzida a porcentagem de C (de 0,087%p. para 0,041%p.) a fim de verificar se esta composição garante propriedades mecânicas que são essenciais para a utilização em dutos de petróleo. Foi investigada a distribuição dos elementos e sua influência na microestrutura, na forma da fratura e nos planos de fratura para esses aços. Adicionalmente, foi relacionado seu comportamento mecânico nas direções transversal e paralela à laminação com a microtextura e a mesotextura desenvolvidas.

CAPÍTULO 2: REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Efeito dos elementos de liga nos aços ARBL

Os elementos de liga dos aços microligados destinam-se principalmente ao aumento da resistência mecânica através dos mecanismos de refino do grão ferrítico, de endurecimento pela formação de precipitação dos seus carbetos, nitretos e carbonitretos e através do mecanismo de solução sólida. Dependendo das exigências, pode-se ainda adicionar elementos de liga que atuam no aumento da resistência à corrosão atmosférica. No entanto, em geral, os aços microligados possuem baixo teor de carbono e o único elemento de liga significante que o compõe é o manganês. Outros elementos, tais como V, Nb, Al, Ti e N, são adicionados em quantidades muito menores e são chamados de microligantes (ASM Handbook, 1990; Tisza, 2002).

O baixo teor de carbono dos aços microligados confere boa conformação, soldabilidade e baixa temperatura de transição dúctil-frágil a fim de ter melhor resistência à fratura. O manganês também diminui a temperatura de transição. Outros elementos, tais como vanádio, nióbio e titânio, formam pequenas quantidades de carbetos e nitretos. Os elementos vanádio, titânio, nióbio e alumínio contribuem com o refino de grão (Tisza, 2002).

A Figura 1 mostra o efeito de alguns elementos de liga de vários aços do tipo ARBL na temperatura de transição dúctil-frágil e na resistência mecânica (Tisza, 2002). Conforme pode-se verificar na figura, os aços C-Mn-Al-V-N tem menor temperatura de transição quando comparados aos aços C-Mn e, em geral, a tensão de escoamento destes aços está situada em um intervalo de valores maiores do que o aço C-Mn.



Figura 1. Tensão de escoamento versus temperatura de transição dúctil-frágil para vários aços ARBL (Tisza, 2002).

A adição de elementos de liga também tem efeitos sobre a transformação de fases. Durante o resfriamento ao ar, por exemplo, a transformação da austenita para ferrita pode ocorrer a temperaturas mais baixas possibilitando a formação de grãos finos. Num aço do tipo ARBL de baixo carbono também podem estar presentes elementos como silício, cobre, níquel e fósforo, que são efetivos na produção de perlita fina (ASM Handbook, 1990).

A Tabela 1 resume os efeitos de alguns elementos de liga encontrados em diferentes literaturas. Devido ao fato do presente trabalho estar direcionado principalmente ao estudo do efeito do nióbio e do manganês, os seus efeitos serão abordados separadamente de forma detalhada nas seções 2.1.1 Nióbio e 2.1.2 Manganês.

Elemento	Efeitos	Referências
Alumínio	- previne alguns tipos de porosidades	Dekkers (2002)
	- desoxidante	
	- modificar a natureza de sulfetos de manganês	
	- controla o crescimento de grão da austenita durante reaquecimento	
	- melhora a tenacidade de aços tratados termicamente	
	- menos efetivo que o Nb, Ti, V e Zr durante a laminação controlada	
Boro	- em aços com baixo teor de carbono, promove o crescimento dos	Girina <i>et al</i> . (1994)
	grãos ferríticos, refino e distribuição uniforme dos carbetos e da perlita	ASM Handbook (1990)
	 acelera a rescristalização em aços contendo fósforo 	
	- pode aumentar endurecibilidade quando a formação de produtos	
	como ferrita acicular é desejada	
Cálcio	- modifica natureza e morfologia de inclusões, possibilitando o	Dekkers (2002)
	aumento da tenacidade à fratura e, consequentemente, a diminuição	Cicutti <i>et al.</i> (1997)
	da sucesptibilidade às trincas induzidas pelo hidrogênio à fragilização	
	pelo hidrogênio	
Carbono	- aumenta a resistência, mas prejudica soldabilidade, a plasticidade e	ASM Handbook, (1990)
	a tenacidade à fratura.	Bakkaloglu (2001)
	- combina-se a outros elementos formando carbetos e carbonitretos	Pérez <i>et al.</i> (2004)
Cobre	- aumenta a resistência à corrosão atmosférica	ASM Handbook (1990)
	- pode formar precipitados causando endurecimento da ferrita	Beidokhti <i>et al.</i> (2009)
	- diminui a absorção de hidrogênio, reduzindo a susceptibilidade à	
	fragilização pelo hidrogênio	
Cobalto	- aumenta a taxa crítica de têmpera	Beidokhti <i>et al</i> . (2009)
	- reduz a absorção de hidrogênio	Nicodemi (2010)
Cromo	- aumenta a resistência à corrosão atmosférica	
Enxofre	- causa fragilização a quente	Nicodemi (2010)
	- melhora a usinabilidade (0,08-0,33% em peso)	Totten (2007)
	- aumenta a vida em fadiga quando o MnS reveste os óxidos	

Tabela 1. Efeito dos elementos nos aços microligados

Elemento	Efeitos	Referências
Estanho	- se segrega nos contornos de grãos e induz a fragilização pelo	Totten (2007)
	revenido	
	- diminui a ductilidade a quente dos aços na região bifásica	
Fósforo	- diminui a ductilidade;	ASM Handbook (1990)
	 provoca endurecimento da ferrita por solução sólida; 	
	- aumenta a resistência à corrosão atmosférica quando o cobre está	
	presente.	
Molibdênio	- melhora a temperabilidade;	ASM Handbook (1990)
	- é essencial para produção de ferrita acicular;	Beidokhti et. al. (2009)
	 diminui o efeito do cobre sobre a absorção de hidrogênio; 	
	- aumenta a solubilidade do nióbio na austenita, facilitando a	
	precipitação de C, N e CN (Nb) na ferrita.	
Níquel	- aumenta a resistência à corrosão atmosférica;	ASM Handbook (1990)
	- aumenta à resistência à corrosão em água do mar quando presente	Nicodemi (2010)
	em combinação com o cobre e/ou fósforo;	
	- permanece em solução sólida (não formam nenhum tipo de	
	precipitado estável).	
Nitrogânio	aumenta a resistância mecânica e a canacidade de refino de grão	Kuziak et al. (1995)
Nitrogenio	dos elementos microligantes através da formação de nitratos e	
	carbonitretos.	
Titânio	- inibe o crescimento do grão austenítico recristalizado entre os	Kuziak <i>et al.</i> (1995)
	passes de laminação e no resfriamento;	
	- causa endurecimento por precipitação.	
Vanádio	- previne o crescimento dos grãos ferríticos e austeníticos;	ASM Handbook (1990)
	- causa endurecimento por precipitação;	
	- aumenta a tensão de escoamento e a resistência à tração, mas o	
	aumento do seu teor provoca o aumento da temperatura de transição	
	dúctil frágil.	
Zircônio	- melhora as características das inclusões em aços acalmados	ASM Handbook (1990)
	- pode formar carbetos e nitretos	

Tabela 1. (Continuação) Efeito dos elementos nos aços microligados

2.1.1 Nióbio

O nióbio tem um amplo campo de aplicações: pode ser utilizado como elemento de liga no aço e no ferro fundido e também nas superligas e em suas ligas usadas na indústria nuclear, como ligas à base de nióbio. As frações de nióbio utilizadas em diferentes aplicações é mostrada na Figura 2. A partir desta figura, pode-se observar que aproximadamente 87% do consumo total de nióbio é voltado para a indústria siderúrgica na produção de aços microligados, inoxidáveis e resistentes ao calor (Gupta e Suri, 1993).



Figura 2. Consumo do nióbio por aplicação (Gupta e Suri, 1993)

O nióbio é adicionado aos aços microligados em teores de 0,02-0,05 % em peso, pois é um elemento muito importante devido ao efeito na microestrutura e nas propriedades mecânicas. Este elemento torna a laminação controlada vantajosa, pois sua adição possibilita o efeito do arraste do soluto e a precipiação em temperaturas baixas como partículas finas na austenita de Nb (C, N), que são responsáveis pela estabilização do crescimento dos grãos de austenita, prevenindo ou ao menos retardando a recristalização dos grãos de austenita (Kwon e DeArdo, 1991; Luton e Dorvel, 1980; Novillo *et al.*, 2005).

Conforme pode ser observado no diagrama de equilíbrio Fe-Nb da Figura 3, no estado líquido o nióbio e o ferro são completamente miscíveis, mas no estado sólido eles exibem uma solução sólida de ferro limitada. Dependendo do teor de nióbio, podem ser formados precipitados intermetálicos. Segundo Vervynckty *et al.* (2009), precipitados Fe₂Nb já foram encontrados em aços inoxidáveis, mas nunca foi relatada

sua presença em aços microligados. O nióbio é um elemento que estabiliza a ferrita. A adição de pequenos teores de nióbio, diminui a temperatura de transformação A₃. Logo, em pequenas quantidades, o nióbio atua como um estabilizador da austenita. Este comportamento é similar ao observado no cromo no sistema Fe-Cr e no vanádio no sistema Fe-V (Gupta e Suri, 1993).



Figura 3. Diagrama de fase Fe-Nb (ASM Handbook, 1993).

O efeito da adição deste elemento como soluto no retardamento da transformação austenita-ferrita pode ser descrito da seguinte forma: a atividade do carbono é reduzida devido à forte interação entre o carbono e o nióbio e o soluto nióbio é altamente segregado na interface austenita-ferrita, o que acaba reduzindo a taxa de crescimento da ferrita (Lee e Lee, 1999). Da mesma forma, ocorre no caso de outros elementos fortes formadores de carbetos, tais como V, Ti e Mo.

Como foi afirmado anteriormente, o nióbio favorece a formação de produtos de transformação de temperaturas mais baixas. Foi encontrado por Lee e Lee (1999) que

o soluto de nióbio exerce a capacidade de conter transfo-rmações que necessitam da difusão de soluto em longas distâncias.

Os resultados abordados estão de acordo com Mazancová *et al.* (2004) e Xie *et al.* (2011), que também verificaram que a presença de nióbio inibe a formação da ferrita poligonal, possibilitanto a formação de produtos de transformação de temperaturas mais baixas, tais como bainita e ferrita acicular, que são formadas aproximadamente na mesma faixa de temperatura.

Dependendo dos parâmetros de processamento da laminação a quente, isto é, da quantidade de deformação e da taxa de deformação, da temperatura e do tempo de interpasse, a precipitação de carbeto de nióbio, NbC, não é completa e não atinge equilíbrio termodinâmico. Como resultado, o nióbio fica parcialmente em solução sólida após o final e pode também causar o aumento da resistência mediante endurecimento por precipitação em decorrência da formação de carbetos, nitretos e carbonitretos deste elemento (Vervynckt, 2012).

Portanto, este elemento pode aumentar a resistência dos aços através do refino do grão, por solução sólida e, embora autores como Gladman (1997) e Meyer *et al.* (1997) discordem, Doñu Ruiz *et al.* (2012) e Itman *et al.* (1997) acreditam que o nióbio proporciona o aumento da resistência através do mecanismo de precipitação propriamente dito. Apesar de existirem três mecanismos de endurecimentos associados a este elemento, as propriedades mecânicas dos aços microligados são fortemente influenciadas pelo tamanho do grão ferrítico na microestrutura final, visto que grãos ultrafinos, isto é, com cerca de 1-3 µm de tamanho, conferem alta resistência, tensão de escoamento e tenacidade, sendo esta última propriedade prejudicada por outros mecanismos de endurecimento (Kundu *et al.*, 2011). Além disso, foi encontrado que a adição de Nb em pequenas quantidades resulta no aumento da soldabilidade, se comparado aos aços ARBL convencionais (Elwazri *et al.*, 2005; Rios, 2007).

A precipitação de carbetos de nióbio é muito importante para o refino do grão austenítico. No entanto, a quantidade de nióbio que fica retida em solução sólida pode diminuir a tensão de escoamento, uma vez que as partículas nucleadas na ferrita estariam parcialmente coerentes com a matriz, enquanto as partículas nucleadas na austenita perderiam a coerência durante transformação para ferrita (Vevynckt, 2012).

Durante o processo a solidificação no lingotamento contínuo verificou-se que a segregação interdendrítica resulta na distribuição heterogênea de precipitados de

nióbio em placas de aços microligados levando ao desenvolvimento de uma estrutura de grãos bimodal, que é associada tanto a macrosegregação como a microsegregação (Chakrabarti *et al.*, 2008; Roy *et al.*, 2012)

Foi encontrado que existe uma diferença substancial entre a força de bloqueio dos precipitados de Nb (C, N) entre as regiões dendríticas e interdendríticas e, em consequência, durante o reaquecimento, a mobilidade do contorno da austenita será bloqueada de forma heterogênea causando um crescimento do grão desproporcional. O reaquecimento das placas geralmente é realizado a temperaturas entre 1150°C e 1250°C (Tither, 1992 apud Kundu), mas segundo Chakrabarti *et al.* (2005), caso o aquecimento seja realizado a temperaturas relativamente altas (acima de 1225°C), os precipitados tornam-se completamente dissolvidos, de forma que grãos austeníticos grosseiros sem distribuição bimodal passam a ser observados.

Em comparação com outros elementos microligantes, o nióbio é um refinador de grão mais efetivo, uma vez que o carbeto de nióbio é mais estável na austenita em temperaturas típicas de laminação (ASM Handbook, 1990). Em comparação ao titânio, foi mostrado que o nióbio é mais eficiente no refino dos grãos ferríticos de aços com ultrabaixo teor de carbono laminados a quente.

Em associação a outros elementos, o nióbio pode atuar de diferentes maneiras. Quando em conjunto com o manganês, a temperatura Ar₃ torna-se ainda menor, pois sua presença aumenta a solubilidade do nióbio na austenita, que se segrega ao longo do contorno interfásico reduzindo a taxa de crescimento da ferrita e causando o feito do arraste do soluto (Lanjewar *et al.*, 2013).

Segundo Irvine e Baker (1983), o efeito causado pelo carbeto do nióbio depende da temperatura de reaquecimento, pois esta temperatura deve retirar uma quantidade de nióbio da solução suficiente para formar carbetos responsáveis pela inibição do crescimento de grão, mas deve ainda deixar parte em solução sólida para produzir um considerável endurecimento por dispersão no resfriamento. Além disso, a maneira como o nióbio está distribuído no material (como soluto ou precipitado) tem consequências secundárias sobre a recristalização e a transformação austenita-ferrita (Hong *et al.*, 2003).

Para determinar a ocorrência da segregação de elementos microligantes e definir a temperatura de reaquecimento apropriada, isto é, em que os precipitados não sejam totalmente dissolvidos, é importante caracterizar a natureza, a morfologia e o tamanho dos precipitados dos elementos microligantes, visto que o bloqueio do

contorno de grão depende da temperatura de austenitização, do tamanho e da quantidade das partículas, que, por sua vez, dependem dos teores de Nb, N e C no aço (Chakrabarti *et al.*, 2008; Gladman, 1997).

Roy *et al.* (2012) elaboraram um método para prever a distribuição heterogênea de precipitados de microligantes em aços ARBL com estrutura bruta de solidificação. Salienta-se que a presença de algumas partículas ricas em Nb indicam a ocorrência da segregação:

- Precipitados dendríticos ricos me nióbio ou eutéticos (Nb, Ti, V) (C, N) nos contornos interdendríticos
- A distribuição não uniforme dos precipitados. Foi mostrado por Davis e Strangwood (2002) a ocorrência de alta fração volumétrica de precipitados na região perlítica, que concidem com as regiões interdendríticas, comparadas com as regiões ferríticas, que coindicem com as regiões dendríticas centrais de aços contendo 0,09 a 0,11 % em peso de Carbono e 0,023 a 0,057 % em peso de Nióbio.
- Clustering (aglomerados) de precipitados de microligantes, tais como (Nb, Ti)(C, N) e TiN nas regiões interdendríticas da placa solidificada podem levar a formação de trincas superficiais durante o lingotamento contínuo.

Existe uma variedade de rotas de processamento de aços microligados que visam obter tamanhos de grãos ultrafinos. Após o processo de solidificação, usualmente os aços microligados são reaquecidos antes da laminação controlada. Conforme já foi dito, durante esse processo de reaquecimento da placa, pode ocorrer o crescimento do grão, que é controlado principalmente pela redução da área superficial total do grão. O crescimento de grão pode ocorrer de forma normal ou anormal, sendo este último caracterizado pelo rápido aumento de grãos grandes a taxas muito maiores que o crescimento de grão normal (Porter *et al.*, 2009).

Os parâmetros de laminação a quente e laminação controlada também afetam a morfologia dos grãos devido à interação entre os precipitados de carbetos e nitretos formados e o processo de recristalização (Kundu *et al.*, 2011). A fim de adquirir alta resistência e tenacidade em aços microligados, é necessário obter uma microestrutura de grãos ferríticos refinados e uniformes. No entanto, foi encontrado que alguns aços microligados ao Nb possuem uma distribuição bimodal, ou seja, consistindo de grãos que sofreram crescimento anormal cercados de pequenos grãos (Wu e Davis, 2004).

Num estudo sobre o efeito do nióbio na transformação austenita/ferrita induzida pela deformação dinâmica (DSIT) em aços C-Mn, submetidos à torção a quente em várias temperaturas, com objetivo de obter grãos finos, Rios *et al.* (2007) mostraram que nas amostras sem nióbio, a recristalização ocorre, provavelmente, antes de que uma deformação seja acumulada para que haja indução da formação da ferrita. Foi verificado que a adição de nióbio possibilita a obtenção da transformação dinâmica da ferrita induzida por deformação a temperaturas tão altas quanto 850 °C, pois retarda a recristalização da austenita. Este fato é favorável, visto que a laminação em temperaturas abaixo de 770 °C pode apresentar problemas para os laminadores industriais. Embora tenha sido apresentado que o resfriamento acelerado não afetou o tamanho de grão final, altas taxas de resfriamento aplicadas após o tratamento termomecânico resultaram na formação de constituintes aciculares, tais como bainita, em aços microligados.

Um estudo similar foi realizado por Hong *et al.* (2003), também em aços C-Mn e C-Mn-Nb. Da mesma forma, o estudo visava avaliar o efeito do nióbio na transformação da ferrita induzida por deformação, mas em temperaturas maiores e por deformação por compressão a quente. Foi encontrado que em temperaturas de 900 °C e 1000 °C, nas quais o nióbio ficou principalmente na forma de precipitados de NbC, os grãos de ferrita fomaram-se homogeneamente dentro do grão da austenita, resultando num tamanho de grão entre 1-2 µm. Para temperaturas maiores de 1100 °C e 1250 °C, nas quais o nióbio fica dissolvido, a transformação induzida por deformação foi reduzida e a ferrita apresentou-se com a morfologia de grãos alongados.

Neste mesmo trabalho supracitado foi elaborado um esquema ilustrativo da evolução microestrutural dos aços C-Mn e C-Mn-0,052% em peso de Nb para o reaquecimento a 1000°C, que pode ser visto na Figura 4. Nos primeiros estágios de deformação, após 10% de redução, ocorreu a formação de uma ferrita na forma de filme ao longo dos contornos dos grãos austeníticos e, em seguida, a aproximadamente 30%, a morfologia da ferrita tornou-se poligonal. A 50% de redução, os grãos de austenita foram alongados e os grãos de ferrita emaranhados foram deformados. A reduções maiores que 60%, a transformação da ferrita começa a ser acelerada de forma que a quantidade de ferrita poligonal aumenta rapidamente. Os grãos de ferrita são mais refinados se a redução é de 80%, provavelmente devido à recristalização dinâmica. Nos aços microligados ao nióbio observou-se que, entre 10%

e 40% de redução, uma pequena quantidade de ferrita na forma de filme. No entanto, a transformação da ferrita quase não progrediu e os grãos de ferrita e austenita foram deformados a uma redução de até 80%. Após 80% de redução, a transformação não progrediu, mas os grãos de ferrita foram deformados. Foi considerado neste estudo a possibilidade de que o nióbio dissolvido tenha retardado a transformação induzida pela deformação através do efeito de arraste o soluto e pelo consumo de energia de deformação para a precipitação de NbC durante a deformação. Como resultado, tevese um tamanho de grão ferrítico menor.

Já durante o processo de resfriamento, a permanência a uma temperatura intermediária tende a precipitar partículas ricas em nióbio na ferrita, levando ao aumento da resistência de aços microligados de baixo carbono através do endurecimento por precipitação. Estes precipitados podem ser muito finos, com tamanhos maiores que 100 nm, sendo necessária a caracterização microestrutural através de técnicas de imagem de alta resolução (Elwazri *et al.*, 2005).



Figura 4. Diagramas esquemáticos da evolução microestrutural durante a deformação (reaquecimento de 1100°C). a) aço C-Mn; b) aço microligado ao nióbio (Hong et al., 2003).

O fluxograma da Figura 5 apresenta um esquema breve sobre as principais funções do nióbio no tratamento termomecânico. Em suma, este esquema afirma que o nióbio pode causar o refino tanto dos grãos austeníticos, como dos grãos ferríticos; a formação de uma estrutura *pancake* de grãos austeníticos alongados e pequenos grãos de ferrita; a produção de uma estrutura acicular e um endurecimento por precipitação devido à um tratamento térmico subsequente, caso átomos de soluto permaneçam na solução sólida após o processo de resfriamento (Thillou *et al.*, 1998).





2.1.2 Manganês

O manganês está presente em todos os aços, uma vez que é amplamente utilizado como desoxidante e dessulfurante. Quando presente em teores acima de 1% em peso aumenta a possibilidade de fragilização pelo hidrogênio. Este efeito pode ser solucionado por meio de tratamentos térmicos de têmpera e revenido. Mostra-se muito importante na redução da temperatura de transição dúctil-frágil e, portanto, na tendência à fratura frágil (Beidokhti *et al.*, 2009; Nicodemi, 2010; Tisza, 2002).

Do ponto de vista geral, o manganês concede aos aços (Nicodemi, 2010): - aumento da estabilidade da austenita;

- diminuição da temperatura de recozimento e de têmpera;

 diminuição da velocidade crítica de têmpera, possibilitando que a têmpera seja feita em óleo;

- aumento da temperabilidade;

- diminuição da ductilidade a frio de aços perlíticos, de modo que aços para estampagem profunda devem ter no máximo 0,6% em peso de manganês.

Quando adicionado, o manganês combina-se ao enxofre formando MnS, que, segundo Beidokhti *et al.* (2009), pode incitar a formação de trincas em ambientes contendo hidrogênio. Estas inclusões de MnS tendem a se segregar na linha central e resultam em propriedades heterogêneas do aço após a laminação, sendo necessária a adição de cálcio para modificar a morfologia deste composto. Enfatiza-se ainda que os autores verificaram que o teor de manganês segregado na área central necessário para provocar a fragilização pelo hidrogênio, sendo esta controlada por valores menores que 1,5% em peso de Mn, segundo Ro (2000), mas contraposto por Kushida *et al.* (1997), que não encontrou trinca numa banda segregada de um aço microligado API X80 que continha 2,03% em peso de Mn.

Foi verificado em diferentes estudos de análise de falhas (Gray, 2012) que partículas de MnS foram causadoras da fragilização pelo hidrogênio. O hidrogênio, por ter pequeno raio atômico, possui alta difusividade. Geralmente, ele combina-se para formar H₂ (gás) em espaços disponíveis na microestrutura onde existe um estado triaxial de tensões. Neste caso, normalmente ao redor de partículas MnS. Este gás exerce uma pressão suficientemente alta para causar o escoamento da ferrita e iniciar a trinca, que se propaga normalmente de maneira transgranular.

A tendência do acúmulo de hidrogênio nestas inclusões pode ser associada à diferença de coeficiente de expansão térmica entre a partícula MnS e a matriz. Por ter maior coeficiente de expansão térmica, as partículas de MnS geram uma espécie de lacuna, que também afetam a tenacidade ao impacto (Sohaciu *et al.*, 2013).

Thillou *et al.* (1998) estudou o efeito do manganês sobre as propriedades de dois aços microligados ao nióbio laminados a quente verificando que o aumento do teor de manganês aumenta a tensão de escoamento e o limite de resistência mecânica. Também foi observado que o aumento do teor de Mn diminui a temperatura de transformação, promovendo grãos de ferrita menores, alto teor de perlita e uma subestrutura com alta densidade de discordância.

Wang *et al.* (2010) e Wang *et al.* (2013) estudaram aços microligados ao Ti (aproximadamente 0,10%p. e 0,13%p.) com diferentes teores de manganês (0,36%p a 5%p.). Foi relatado que o aumento do teor de manganês resulta na diminuição da temperatura de transformação austenita $\gamma \rightarrow$ ferrita α e na mudança da cinética de precipitação em altas temperaturas.

Li *et al.* (2016) estudaram o efeito da temperatura de aquecimento em aços com diferentes teores de Mn (0,8%p. a 1,63%p.), verificando que o aumento da resistência mecânica é conseguido pela elevação da temperatura de aquecimento devido à dissolução de partículas de TiC e TiS₂C₂, o que possibilita a formação de finos carbetos durante a reprecipitação. O manganês proporcionou a formação de diferentes microestruturas, sendo o teor mais alto deste elemento (1,63%p.) associado à formação de uma microestrutura mais refinada e maior precipitação, que resulta em alta tenacidade ao impacto.

Torkamani *et al.* (2018) verificaram que, em aços microligados sem adição de terras raras, o nióbio é acumulado ao redor de partículas de manganês. Portanto, a associação de um menor teor de manganês e a elevação do teor de nióbio, mesmo com a diminuição de carbono, pode ser uma forma efetiva para obter aços microligados para ambientes *sour service* com alta resistência associada à boa tenacidade ao impacto e resistência à propagação de trinca em fadiga, uma vez que a redução de Mn pode garantir que sejam formados precipitados de Nb livres que atuariam tanto no endurecimento por precipitação como no refino do tamanho de grão ferrítico.
2.2 Fratura dúctil e frágil

Durante o processo de fratura, um corpo sólido é dividido em duas ou mais partes devido à aplicação de uma tensão capaz de romper as ligações atômicas dos materiais. Utilizando a energia absorvida como critério classificatório, a fratura pode ser classificada como frágil e tenaz, sendo associada à pequenas e altas absorções de energia, respectivamente.

O método mais utilizado para classificar o comportamento em fratura dos metais é fundamentado na quantidade de deformação plástica precedente à fratura. Desta forma, classifica-se como fraturas dúctil e frágil aquelas que possuem intensa e pequena/nula quantidade de deformação plástica precedendo à fratura, respectivamente.

As fraturas frágeis são geralmente chamadas de fratura catastróficas quando ocorrem sem nenhuma deformação plástica precedente. Geralmente são classificadas como frágeis quando a deformação é menor que 5%.

Os mecanismos de fratura definem os comportamentos dúctil e frágil. A fratura do tipo dúctil ocorre normalmente por cisalhamento, enquanto que a fratura frágil ocorre por clivagem. Existem também casos em que as fraturas frágeis ocorrem devido à decoesão nos contornos de grão, caso de aços fragilizados por revenido ou mesmo por cisalhamento nos contornos de grãos, caso das ligas com precipitação em contornos de grão (ASM Handbook, 1990).

2.2.1 Origem das Trincas

Uma superfície de fratura é produzida pelo crescimento e propagação de uma trinca. A distinção entre nucleação e propagação não é sempre definida. Com frequência, trincas grandes resultam da coalescência de uma infinidade de pequenas trincas. Deve-se considerar o crescimento da trinca em três dimensões pela interpretação da topografia. Felizmente, segundo Hull (1999), muitos aspectos das propriedades da trinca podem ser determinados tratando-a como a trinca como uma superfície planar.

Considerando um sólido rígido elástico, uma força normal à superfície pode causar separação da superfície formando duas novas superfícies. A separação da superfície é maior no centro. A abertura da face da trinca depende das propriedades elásticas do sólido e dos deslocamentos aplicados externamente (Hull, 1999).

Na Figura 6 são ilustrados diferentes tipos de origem de trincas. Abaixo são abordados alguns exemplos de nucleação de trincas individuais pela deformação elástica ou plástica (Hull, 1999):

- a) Incompatibilidade elástica: Este tipo de nucleação ocorre em sólidos consistindo de agregados muitos duros, fases rígidas ou grãos, particularmente cerâmicas, rochas e concreto. As trincas nucleiam-se na interface entre os grãos e dentro dos grãos, sendo resultado de tensões produzidas pela incompatibilidade elástica entre os grãos adjacentes. A Figura 6a apresenta o esquema ilustrativo deste tipo de nucleação, onde A e B seriam esses dois grãos "incompatíveis". Os grãos podem se diferenciar pela orientação cristalográfica ou pela composição química. Devido à diferença da composição e da orientação, o módulo de elasticidade também é diferente. Isto significa que tensões aplicadas externamente ou geradas internamente produzem diferentes deformações elásticas nos dois grãos. Isto pode levar a altas tensões locais que são aliviadas pela formação de uma trinca. No exemplo da Figura 6a, a trinca é mostrada no contorno do grão.
- b) deformação plástica em sólidos cristalinos: Em baixas temperaturas, materiais cristalinos, como metais e cerâmicos, deformam-se por cisalhamento. A nível microscópio, isto ocorre dentro de cada cristal ou grão pelo deslizamento das discordâncias individuais ou pela deformação por maclagem. O cisalhamento pode ser localizado em bandas estreitas. Quando uma banda de cisalhamento encontra uma barreira microestrutural. como um contorno de grão ou uma partícula de segunda fase, tensões locais muito elevadas são geradas na ponta da banda. Isto resulta na nucleação de uma trinca, conforme pode ser visto na Figura 6b. A estrutura cristalina do material e a direção da tensão aplicada determinam o plano de deslizamento ou maclagem. O plano no qual a trinca nucleia-se também é influenciado fortemente pela estrutura cristalina e pela resistência da interface da "barreira". No exemplo da Figura 6b a trinca se forma por clivagem cristalográfica, no mesmo grão como uma banda de cisalhamento. Alternativamente, pode-se formar na barreira ou ao longo da própria interface para materiais com interfaces fracas. A alta concentração de tensão pode ser dissipada pela deformação plástica mais generalizada.

- c) Fibrilação (crazing): Em polímeros amorfos orgânicos as cadeias moleculares longas formam um emaranhado tridimensional aleatório. Em resposta a tensão, os segmentos individuais das cadeias giram e, em grandes deformações, tornam-se alinhado preferencialmente na direção de tensão máxima. A ilustração desta fratura é dada na Figura 6c.
- d) Coalescência de cavidades plásticas: Este mecanismo ocorre em muitos sólidos contendo partículas sólidas, OS detalhes dependem da microestrutura. Durante a deformação, a matriz dúctil deforma pelo deslizamento nos materiais cristalinos e por um processo de cisalhamento mais generalizado em materiais amorfos e semi-cristalinos. As partículas rígidas não se deformam. A separação da interface partícula-matriz é acompanhada pelo desenvolvimento de cavidades plásticas ao redor das partículas, conforme ilustra a Figura 6d. Uma vez nucleada, as cavidades crescem por cisalhamento da matriz ou, em altas temperaturas, pelo processo de difusão. Eventualmente, os campos de tensão das cavidades crescentes interagem com as outras e a matriz de cisalhamento torna-se localizada nas regiões inter-partículas, resultando na separação para formar uma trinca. A trinca consiste de um conjunto irregular de cavidades plásticas coalescidas. A trinca pode se formar pelo conjunto de pequenas trincas, que, neste exemplo, são trincas formadas nas interfaces de partículas rígidas.
- e) Escorregamento dos contornos: A temperaturas suficientemente altas, a deformação de materiais policristalinos e também de polímeros semicristalinos esferulíticos ocorre pelo escorregamento de blocos relativamente rígidos sobre os outros. Antes da deformação, ocorrem processos termicamente ativados que são responsáveis pelo "afrouxamento" dos grãos ou das esferulitas e então, o processo de escorregamento torna-se o principal modo de deformação. Quando o escorregamento é interrompido no ponto triplo de encontro dos grãos, trincas na forma de cunhas são formadas, conforme ilutra a Figura 6e. Partículas rígidas, que podem estar presente nos contornos, levam a nucleação de cavidades plásticas durante o escorregamento.
- f) Fadiga mecânica: Todos os exemplos de nucleação de trincas descritos acima resultam do carregamento monotônico. A fadiga mecânica ocorre pela

aplicação de tensões cíclicas muito abaixo do valor crítico para nucleação e propagação de trincas no carregamento monotônico. As tensões cíclicas causam pequenas quantidades de deformação que se acumulam progressivamente e eventualmente geram uma trinca. A Figura 6f representa um único grão na superfície de um material policristalino. O deslizamento ocorre no plano de deslizamento dominante e as tensões cíclicas levam a formação de intrusões e extrusões de bandas paralelas resultando numa superfície serrilhada.

g) Superfícies frágeis: Quando materiais dúcteis, revestidos por um material frágil, são deformados, uma fratura prematura do material frágil também pode levar a fratura prematura do material dúctil. A trinca forma-se no material frágil e cresce a altas velocidades no material dúctil. Exemplos incluem camadas de nitretos nos aços e pinturas em plásticos. O mesmo efeito ocorre quando as superfícies estão degradadas, como em borrachas trincadas pelo ozônio, e quando gradientes de temperatura tornam os materiais parcialmente ou completamente frágeis.



Figura 6. Ilustração de diferentes tipos de origem de trincas: a) incompatibilidade elástica, b) deformação plástica em sólidos cristalinos, c) fibrilação (*crazin*g), d) coalescência de cavidades plásticas, e) escorregamento dos contornos, f) superfícies frágeis (Hull, 1999).

Os metais e suas ligas geralmente são fraturados por três mecanismos comuns, conforme é mostrado na Figura 7. Geralmente a fratura dúctil se dá por intermédio da nucleação, do crescimento e da coalescência de microvazios, isto é, da coalescência de cavidades plásticas. Alguns metais frágeis ou até mesmo dúcteis sob condições especiais podem ser fraturados por clivagem através da propagação da trinca ao longo de planos cristalográficos específicos. Caso os contornos de grãos estejam fragilizados, pode-se ainda ter uma fratura do tipo intergranular na qual a trinca propaga-se entre os grãos do metal policristalino (ASM Handbook, 1987).



Figura 7. Esquema ilustrativo dos principais mecanismos de fraturas encontrados em metais e ligas: a) coalescência de cavidades plásticas (fratura dúctil); b) clivagem; c) fratura intergranular (ASM Handbook, 1987).

Nas seções a seguir são abordados de maneira mais descritiva os processos de fratura por coalescência de cavidades e por clivagem.

2.2.2 Fratura por coalencência de cavidades

Quando um material dúctil é submetido a um carregamento em tração geralmente na tensão máxima é iniciada a estricção do corpo de prova e após a estricção ocorrem 5 estágios para a formação responsáveis pela fratura dúctil deste material (ASKELAND, 2010). São eles:

1) Nucleação (formação) de cavidades ou microvazios no interior da seção transversal;

2) Crescimento dos microvazios;

- 3) Coalescência das cavidades para formar trinca elíptica;
- 4) Crescimento paralelo ao eixo principal formando a zona radial;

5) Propagação rápida da trinca ao redor do perímetro externo do pescoço por deformação cisalhante. Segue a direção de 45º do eixo, formando o cone. Estes estágios são ilustrados na Figura 8.



Figura 8. Esquema ilustrativo do processo de fratura por tração de um material dúctil após a estricção (ASKELAND, 2010).

Sendo assim, são criadas três zonas distintas na superfície de fratura de um material dúctil que falha sob tração, conforme pode ser observado na Figura 9.



Figura 9. As três zonas distintas na superfície da fratura de um material dúctil que falhou sob tensão trativa (Ramachandran *et al*., 2005).

Quando a sobrecarga é a principal causa da fratura, as ligas estruturais mais comuns falham por este processo, também conhecido por fratura *dimple* (microvazio).

À medida que a tensão aumenta, os microvazios crescem, se coalescem e eventualmente formam uma superfície de fratura contínua, conforme pode ser observado na Figura 10. A Figura 10 também mostra como a direção de tensão máxima influência as formas dos microvazios formados pela coalescência dos microvazios (ASM Handbook, 1987).



Figura 10. A) modo I: abertura ou tração - microvazios equiaxiais, b) modo II: cisalhamento - microvazios alongados em sentidos opostos nas duas superfícies, c) modo III: rasgamento - microvazios alongados apontam para a direção de origem da fratura (ASM Handbook, 1987).

A Figura 10 também mostra com clareza a diferença existente entre os microvazios formados nos modos de carregamento II e III. Conforme pode ser observado na figura supracitada, no carregamento de modo II os microvazios encontram-se orientados na mesma direção, de forma que apontam para o mesmo sentido de origem da fratura. O modo III exibe microvazios alongados que apontam para direções opostas nas superfícies inferior e superior de fratura (ASM Handbook, 1987).

O tamanho do microvazio na superfície de fratura é governado pelo número e distribuição de microvazios que são nucleados. Quando os sítios de nucleação são poucos e muito espaçados, os microvazios crescem antes de se coalescer, de forma que são formados grandes microvazios. Pequenos microvazios são formados quando vários sítios de nucleação são ativados e microvazios adjacentes se juntam antes de ter oportunidade de crescer. Microvazios extremamente pequenos são frequentemente encontrados em materiais endurecidos pela dispersão de óxidos, como ligas de níquel utilizadas para aplicações na indústria nuclear, tubos de trocadores de calor e em pás de turbinas de alta temperatura (ASM Handbook, 1987).

A distribuição dos locais de nucleação de microvazios pode influenciar significativamente na aparência da superfície de fratura. Em algumas ligas, a distribuição não uniforme de partículas de nucleação e a nucleação e crescimento de microvazios isolados no início do ciclo de carregamento produz uma superfície de fratura que exibe diferentes tipos de tamanhos de microvazios, conforme pode ser visto na Figura 11 (ASM Handbook, 1987).



Figura 11. Exemplos fractografias. A) pequenos e grandes microvazios na superfície de fratura de um aço ferramenta martêmperado – os pequenos microvazios são associados com numerosas partículas pouco espaçadas; b) pequenas e grandes inclusões de sulfetos no aço servem como sítios para nucleação de vazios (ASM Handbook, 1987).

A coalescência de microvazios nos contornos de grãos levam a formação de microvazios de ruptura intergranular, conforme pode ser observado na Figura 12. Dependendo da microestrutura e da plasticidade do material, os microvazios podem exibir formas cônicas (muito profundas) ou muito rasa, conforme mostra a Figura 13.







Figura 13. Diferentes tipos de microvazios formados durante coalescência de microvazios. a) microvazios cônicos em um aço mola, b) microvazios rasos num aço maraging (ASM Handbook, 1987).

2.2.3 Fratura por Clivagem

A clivagem é considerada a forma de fratura mais perigosa, sendo classificada como um tipo de fratura frágil transgranular que se dá pela separação planos cristalográficos bem definidos chamados de planos de clivagem. Nos aços ferríticos, esta separação ocorre nos planos {100}. A fractografia de uma liga metálica fraturada por clivagem exibe numerosas facetas de clivagem cristalinas com marcas de padrão de rio, conforme pode ser observado na Figura 14. Macroscopicamente, a superfície

das facetas de clivagem são perpendiculares à tensão máxima principal (Chen e Cao, 2015).



Figura 14. Facetas de clivagem na fractografia de um aço microligado – a seta aponta para o sítio de nucleação (Yan *et al.*, 2007).

Em geral, este tipo de fratura é caracterizado pelos seguintes aspectos: fratura frágil sob baixa tensão; repentina e catasfrófica, estimulada por baixa temperatura e alta taxa de carregamento, originada em defeitos pequenos (Chen e Cao, 2015).

De acordo com Plateau (1962), para que a fratura de clivagem ocorra, duas condições devem ser obedecidas: a "condição termodinâmica", que especifica a energia elástica necessária para a propagação da trinca através da amostra e a "condição mecânica-dinâmica suficiente", que especifica os valores de deformação e tensão necessários para iniciar e propagar a trinca.

O modelo mais aceito explica que a fratura por clivagem ocorre quando a tensão local excede a tensão de fratura por clivagem em uma certa região na frente da ponta da trinca.

A clivagem pode se dar a partir de um fenômeno de descolagem, o qual foi atribuído por Davis e King (1993) a tensões residuais de tração induzidas pela transformação ao redor da matriz ferrítica e/ou efeito de decoesão interfacial.

Contornos de alto ângulos (maiores que 10-15°) podem mudar a direção de crescimento da trinca por atuar como barreiras fortes, pois possuem orientações cristalográficas diferentes (Bhadeshia, 2001).

Yang *et al.* (2004) estudaram a influência de fatores microestruturais, tais como tamanho de carbetos, grão e pacote bainítico, sobre a fratura de clivagem de aços bainíticos de baixa liga para vasos de pressão de reatores com composição química, mas fabricados por diferentes processos, verificando que a fratura de clivagem é possivelmente mais influenciada por grandes c n narbetos na ponta da trinca do que outro parâmetro microestrutural, uma vez que a tensão de fratura por clivagem calculada através do tamanho médio dos carbetos apresentaram boa concordância com os valores cálculados por intermédio do método de elementos finitos.

A tensão de fratura por clivagem pode ser utilizada como uma característica importante do material, não representando somente a resistência à clivagem da microestrutura, visto que pode ser aplicada em diversos problema de mecânica da fratura (Válka *et al.*, 1997).

Martín-Meizono *et al.* (1994) também afirma que a fratura frágil de metais policristalinos por clivagem é associada a algumas partículas frágeis não metálicas ou inclusões, por exemplo, um carbeto em aços ferríticos. Ainda foi mostrado que, quando as partículas são menores que o tamanho do grão da matriz metálica, a nucleação da falha macroscópia resulta de ocorrência de três eventos sucessivos: deslizamento induzido pela clivagem da partícula, propagação da microtrinca nos grãos vizinhos através da interface partícula/matriz e propagação da microtrinca do tamanho do grão até grãos vizinhos ultrapassando o contorno de grão. Levando esses fatores em consideração, foi elaborado por estes autores um modelo estatístico para prever a tensão de fratura de clivagem e o fator intensidade de tensão crítico em função da temperatura de aços bainíticos.

Martín-Meizono *et al.* (1994) citaram muitos autores que assumem a propagação de uma microtrinca de uma fratura em direção a matriz como um evento crítico. No entanto, verificou-se que somente um estudo considera a possibilidade de que a falha seja ocasionada pela propagação de microtrincas do tamanho de um grão para os seus grãos vizinhos, mas que o papel do grão e das partículas na falha frágil são independentes. Embora a clivagem do grão resulte em quase 100% dos casos das propagações da trinca nucleada na partícula, a capacidade de bloqueio dos contornos de grãos sob uma mesma carga está fora de questão. Tais observações podem ser explicadas por duas hipóteses alternativas:

 a propagação da trinca formada na partícula para a matriz não é sempre forçada por uma tensão macroscópica; ou a capacidade de bloqueio de alguns contornos de grão (medida através do fator intensidade característico do contorno) é maior que a capacidade de restrição da interface partícula/matriz, conforme pode ser observado na Figura 15.

Neste trabalho citado, levou-se em consideração a propagação de trincas circulares orientadas aleatoriamente e sob estados de tensão aleatórios e que o material possui propriedades elásticas isotrópicas e, portanto, que a taxa máxima de liberação de energia coincide com a tensão máxima de cisalhamento. Sendo assim, verificou-se que a tensão efetiva normal, dada pela Equação (1), caso a tensão normal no plano da microtrinca seja maior que 0 ou pela Equação (2), se a tensão normal no plano da microtrinca for menor que 0 (compressiva).

$$\sigma_{eff} = \left[\sigma_n^2 + \left(\frac{2\tau}{2-\nu}\right)^2\right]^{\frac{1}{2}} \tag{1}$$

Onde:

 σ_n é a tensão normal no plano da microtrinca;

 τ é a tensão de cisalhamento máxima;

 ν é o coeficiente de Poisson.

$$\sigma_{eff} = 2 \ ou \ 0 \tag{2}$$

A partir da tensão efetiva, pode-se calcular o tamanho mínimo da trinca susceptível a propagação em um elemento de volume sob um estado de tensão σ_{ij} .



Figura 15. Eventos básicos considerados no modelo da fratura frágil. D: tamanho do grão, c: tamanho do carbeto, $K_{Ia}^{c/f}$: fator intensidade de tensão local de bloqueio característico da interface carbeto/ferrita, $K_{Ia}^{f/f}$: fator intensidade de tensão local de parada (bloqueio) característico de grão (ferrita/ferrita) (Martín-Meizono *et al.*, 1994)

Geralmente, as partículas de carbetos capazes de iniciar a fratura por clivagem são aquelas que estão sob tensão de tração suficiente, possuem orientações favoráveis para nucleação da uma trinca microscópica e são favoráveis para produzir alta taxa de liberação de energia (Gao *et al.*, 2005). Devido à natureza altamente localizada deste mecanismo de falha associada à heterogeneidade do material, a tenacidade à fratura geralmente exibe uma dispersão considerável, uma dependência do comprimento da frente da trinca e uma forte sensibilidade a campos de tensão e deformação locais. Tendo em vista estas características, Gao *et al.* (2005) desenvolveu um modelo da distribuição de Weibull para prever a fratura por clivagem em um aço ASTM 515-70 levando em consideração os efeitos da deformação plástica e também o estado triaxial na ponta da trinca. Na Figura 16 são mostrados os resultados da tenacidade à fratura crítica (J_c) obtidos pelo modelo estatístico proposto

(linhas contínuas) e os valores medidos experimentalmente de J_C (círculos vazios) utilizando-se corpos de prova *single edge crack specimen* (SE(B)) e o *compact test specimen (C(T))*. Os resultados encontrados foram satisfatórios, visto que a maioria dos dados experimentais estão dentro de um limite de confiança satisfatório (90%).



Figura 16. Probabilidade de falha cumulativa (P_f) *versus* tenacidade à fratura crítica (J_c). Comparação da tenacidade à fratura crítica obtida pelo modelo estatístico de Weilbull modificado com o valores medidos em corpos de prova a) SE(B); b) C(T) (Gao *et al.*, 2005)

Embora McMahon e Cohen (1965) considerem que o processo de fratura por clivagem é iniciado na interface entre a matriz ferrítica e carbetos, uma vez que microtrincas são formadas como resultado de altas tensões geradas em carbetos não deformáveis por um escoamento plástico local na matriz ferrítica circundante, Roberts *et al.* (2001) elaborou uma modelo para a iniciação da fratura de clivagem de aços ferríticos baseando-se num simples modelo 2D que associa discordâncias da zona plástica com microtrincas sob um estado triaxial de carregamento e verificou que somente uma pequena fração dos carbetos estão na configuração que leva a fratura.

2.2.4 Ensaio de Impacto Charpy

O ensaio de impacto Charpy tem sido amplamente empregado para determinar propriedades dos materiais. Através deste ensaio, pode-se avaliar a tenacidade do aço expressa em termos de aparência da fratura, temperatura de transição e energia absorvida a temperatura do ensaio. Algumas normas estabelecem como critério contra a fratura frágil um valor mínimo para a energia absorvida a temperatura de serviço. A origem do valor da energia absorvida é de difícil entendimento, uma vez que não envolve somente a energia responsável pela iniciação da trinca frágil, mas a energia de deformação armazenada por toda a deformação da amostra e a energia dissipada durante a propagação da trinca (Tani e Nagumo, 1995).

Na Figura 17 é mostrado um esquema ilustrativo que pode ser utilizado para discernir o processo de fratura de corpos de prova Charpy com entalhe em V. O início da deformação se dá na zona 1 e o comprimento da trinca estável é dado pela zona 2, enquanto que a zona 3 determina o início da fratura frágil. Para determinar este último parâmetro geralmente utiliza-se um microscópio eletrônico de varredura. Como estas zonas geralmente não são uniformes ao longo da largura da zona fraturada, deve-se adotar o mesmo parâmetro de medida para que possam ser feitas análises comparativas (Tani e Nagumo, 1995).



Figura 17. Esquema ilutrativo para discernir o processo de fratura de um corpos de prova de Charpy com entalhe em V.

Devido à variação da temperatura em alguns ambientes de aplicação desses aços, a temperatura de transição dúctil-frágil deve ser sempre investigada. Várias equações podem ser utilizadas a fim de predizer a temperatura de transição dúctil, no entanto, como foram desenvolvidas para aços específicos, é comum que se encontre um erro grande. Além do tamanho de grão metalográfico, o comportamento da trinca é influenciado por outros fatores. A precipitação em aços microligados, por exemplo, pode afetar a tenacidade e, consequentemente, a temperatura de transição dúctil frágil, como foi mostrado por Mintz *et al.* (1979). Além disso, o tamanho de grão

metalográfico muitas vezes pode não ser um bom parâmetro de relação, visto que os grãos adjacentes podem ter ângulos de desorientação diferentes, tornando-se necessária determinação do tamanho de grão efetivo.

Sendo assim, temperatura de transição dúctil-frágil pode ser expressa de diferentes formas. Uma delas é feita através da aparência da fratura na temperatura de transição dúcil frágil (FATT) correspondente a 50% de aparência dúctil. Para aços ferríticos perlíticos normalizados, a temperatura de transição dúctil frágil pode ser calculada de acordo com a Equação (3), determinada por Pickering e Gladman (1963 apud Gladman, 1996):

$$FATT (°C) = 19 + 44(\%Si) + 700(N_f)^{1/2} + 22(\%Perlita) - 115d^{-\frac{1}{2}}$$
(3)

Onde:

Nf é o teor de nitrogênio livre (% em peso);

d é o tamanho médio da ferrita (mm) obtido pelo método do intercepto linear.

2.3 Propagação da Trinca em Fadiga

O dimensionamento de fadiga pode ser realizado através de 3 métodos: σN , $\epsilon N e da/dN$. O método σN baseia-se nas gamas $\Delta \sigma$ nas tensões máximas das tensões elásticas cíclicas que atuam nos pontos críticos com o número de ciclos (N) que lá iniciam uma macrotrinca de fadiga. O método ϵN é muito mais recente e também eficiente do que o método σN , mas pelo fato de relacionar as deformações elastoplásticas macroscópicas cíclicas que agem sobre um ponto crítico com o número de ciclos, necessita de equações não-lineares e não-inversíveis e devem ser usadas sequencialmente, para reconhecer e presevar os efeitos de memória, visto que as equações plásticas cíclicas são lineares e irreversíveis. É preciso ressaltar para que se entenda este método que, mesmo que sejam aplicadas tensões elásticas, pode haver plasticidade cíclica em nível microscópico que forma uma trinca que posteriormente pode promover uma falha. Os dois primeiros métodos trabalham contra a iniciação de trincas, mas o primeiro método é o mais utilizado (Castro e Meggiolaro, 2009).

Dentre os métodos apresentados, somente o último pode ser utilizado para determinar a vida residual à fadiga de estruturas trincadas, pois prevê a taxa de propagação de trincas durante um determinado número de ciclos. Ao contrário da

<u>(0)</u>

1

iniciação de trincas, que é controlada principalmente pelas gamas de deformação e de tensão atuantes no ponto crítico da peça, a gama de fatores intensidade de tensão ΔK governa a propagação de trincas (da/dN). Como ΔK é um parâmetro linear elástico, esta teoria, inicialmente proposta por Paris em 1961, foi rejeitada, já que se entendia que a fadiga é causada por plasticade cíclica e, portanto, não poderia ser descrita por intermédio de um parâmetro linear elástico (Castro e Meggiolaro, 2009).

Considere o crescimento de uma trinca que aumenta em comprimento Δa devido à aplicação de um número de ciclos ΔN . A taxa de crescimento com o número de ciclos pode ser caracterizada por uma razão $\Delta a/\Delta N$ ou, para pequenos intervalos, por da/dN.

Assumindo que a carga aplicada é cíclica, com valores constantes de cargas $F_{máx} = F_{mín}$, as tensões máximas e mínimas também serão constantes. Logo, para um intervalo de tensões $\Delta \sigma$, também existe um intervalo do fator intensidade de tensão, ΔK , dado pela Equação (4):

$$\Delta K = Y \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \tag{4}$$

As trincas crescem a partir de um tamanho inicial (a_o) até um tamanho crítico (a_c) no qual ocorre a falha devido à propagação instável da trinca em função do número de ciclos de carregamento, conforme mostra a Figura 18.



Figura 18. Comprimento da trinca em função dos ciclos (Campbell, 2002).

A taxa de propagação da trinca (da/dN) pode ser determinada pela inclinação da curva. Inicialmente, a propagação da trinca é lenta, mas aumenta com o aumento do comprimento da trinca. Se for possível determinar esta taxa, pode-se estimar o tempo em serviço ou intervalos de inspeção necessários. Uma curva idealizada da/dN *versus* ΔK é mostrada no gráfico da Figura 19.





Pode-se dividir este gráfico em 3 estágios (Dowling, 2013):

1º Taxa de crescimento lenta: a propagação ocorre ao longo de uma zona limitada (tipicamente abrangendo não mais do que uns poucos grãos próximo da superfície – a maioria das ligas comerciais não exibem este estágio). É iniciado quando o limiar da propagação de trinca em fadiga é alcançado (ΔK_{th}).

2º Taxa de crescimento da trinca: estágio da propagação estável (representado por uma linha reta menos íngreme que a inicial) onde pode ser calculada a taxa de propagação da trinca por intermédio da Equação (5), conhecida como Equação de Paris.

$$\frac{da}{dN} = C. \ (\Delta K)^m \tag{5}$$

Onde:

a: comprimento da trinca;

N: número de ciclos;

C e m são as constantes do material;

 ΔK é a gama do fator intensidade de tensão ($\Delta K = \Delta K_{max} - \Delta K_{min}$).

3º Estágio da fratura final: a curva torna-se íngreme novamente devido ao rápido crescimento instável da trinca imediatamente antes da falha final.

Na Tabela 2 são apresentados valores das constantes m para aços microligados utilizados em dutos do tipo API 5L. Conforme pode ser observado, a constante m foi maior no aço API x80 soldado que apresenta maior resistência mecânica em relação aos outros aços mostrados nesta tabela, indicando que a trinca propaga-se muito mais rápido. A análise da propagação da trinca no aço API x80 nas regiões de grãos grosseiros, finos e na região intercrítica da ZTA mostrarm que uma microestrutura mais refinada proporciona maior menor taxa de propagação da trinca de fadiga (Zhao *et al.*, 2017).

· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	Referências	Godefroid <i>et</i> al. (2014)	Mansor et. al. (2017)	Kim <i>et al.</i> (2011)	Drexler <i>et al.</i> (2013)	Godefroid <i>et</i> <i>al.</i> (2014)	Drexler <i>et al.</i> (2013)	Kim <i>et al.</i> (2011)	Kim <i>et al.</i> (2011)	Zhao <i>et al.</i> (2017)	Zhao <i>et al.</i> (2017)	Zhao <i>et al.</i> (2017)	Laurito <i>et al.</i> (2010)	Kim <i>et al.</i> (2009)	Kim <i>et al.</i> (2009)
	R	0,1	0,1 – 0,4 – 0,7	0,1	0,1	0,1	0,1			0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
	C	1,07 x 10 ⁻⁹	4,4 × 10 ⁻¹⁰ – 5,0 × 10 ⁻ 10		1,73 x10 ⁻⁹	0,95 x 10 ⁻⁹	4,03 x10 ⁻⁹	1	-	2.55 × 10 ⁻¹⁴	3.70 × 10 ⁻⁷	3.70 × 10 ⁻¹⁰	9,59 x 10 ⁻⁷ - 4,82 x 10 ⁻ ³	1,73x10 ⁻¹¹	2,41 x10 ⁻³⁵
	٤	3,52	2,2	ı	3,44	3,55	3,1		·	6,86	1,83	3,75	3,56- 5,75	2,56	18,57
	∆Kth (MPam ^{0,5})	9'6	I	3,32	I	9,8	I	3,72	5,62	I	I	I		3,09	16,68
	σ _u (MPa)	576	599	565	609	640	640	651	718	I	I	I	649	651	700
	σ _y (MPa)	500	472	495	509	586	553	602	677	552 (mín.)	I	I	343	601	549
	B (mm)	5	12	6,35	I	5	I	6,35	6,35	26,4	26,4	26,4	5	6,35	6,35
	Corpo de prova	SE(B)	C(T)	C(T)	C(T)	SE(B)	C(T)	C(T)	C(T)	SE(B)	SE(B)	SE(B)	C(T)	C(T)	C(T)
	Microconstituintes	Ferrita poligonal e perlita	1	Ferrita e perlita	Ferrita e perlita	Ferrita poligonal, perlita e bainita	Ferrita e bainita	Ferrita poligonal e bainita	Ferrita acicular	Ferrita bainítica	Ferrita bainítica e ferrita	Ferrita poligonal e bainita	Ferrita, bainita e martensita		Ferrita de contorno de grão e ferrita acicular
	Observações	Metal base Orientação T-L	Metal base	Metal base Orientação T-L	Metal base	Metal base Orientação T-L	Metal base	Metal base Orientação T-L	Metal base Orientação T-L	ZTA – grãos grosseiros	ZTA – grãos finos	ZTA – região intercrítica	Metal base temperado	Orientação L-T	Microestrutura corresponde à zona fundida
	%p. Mn	1,324	1,536	1,51	1,43	1,536	1,53	1,70	1,82	1,69	1,69	1,69	1,169	1,82	1,82
	%p. Nb	0,001	0,045	0,06	0,054	0,045	0,054	0,052	0,039	0,082	0,082	0,082	0,035	0,039	0,039
	c%	0,192	0,109	0,09	0,048	0,109	0,053	0,05	0,06	0,07	0,07	0,07	0,085	0,06	0,06
	Material	API X60	API X65 A	API x65	API X70	API X70	API X70	API X70	API X80	API X80	API X80	API X80	WQ800 -01	API X80 (L-T)	API X80 soldado

Tabela 2. Resultados encontrados nos ensaios de propagação de trinca em fadiga para diferentes aços microligados do tipo API 5L

2.3.1 Fechamento de trinca

Elber (1970) analisou a distribuição de tensões agindo na superfície de fratura verificando que a tensão compressiva máxima excede a tensão de escoamento do material e que este fenômeno influencia na forma do padrão das estrias na superfície da fratura.

O experimento de Elber ainda analisou a carga aplicada na ponta da trinca e o deslocamento dela observando um comportamento elástico, mas não linear, o que sugeria que o sistema tinha uma variação da geometria que indicava que a trinca estava se fechando como consequência de deformações plásticas trativas permanentes residuais, pois quando o ligamento tenta voltar ao estado inicial devido ao descarregamento elástico, tende a comprimir o envelope plástico em torno das faces da trinca, conforme mostrado na Figura 20 a. Após ser atingida a carga de abertura da trinca, o material passa a ter uma comportamento linear elástico.

Como fenômeno de fechamento tem influência na taxa de propagação da trinca e a variação do fator intensidade de tensão ΔK não controla totalmente da/dN, tornase necessário determinar a variação ΔK_{eff} (efetivo) que pode ser calculado pela Equação (6) (Elber, 1970):

$$\Delta K_{eff} = K_{\text{máx}} - K_{\text{op}} \tag{6}$$

Onde:

 $K_{máx}$ - fator intensidade tensão máximo; K_{op} - fator intensidade de tensão no nível de tensão de abertura.

Até agora foi explicado o mecanismo de fechamento de trinca induzido por plasticidade. No entanto, existem outros mecanismos de fechamentro de trinca induzidos por uma variedade de fatores mecânicos, microestruturais e ambientais, que podem ser observados na Figura 20.



Figura 20. Esquema ilustrativo dos mecanismos que promovem a retardo do crescimento da trinca sob amplitude de fadiga constante. a) fechamento induzido por plasticidade; b) fechamento induzido por óxido; c) fechamento induzido por rugosidade; d) fechamento induzido por fluido viscoso; e) fechamento induzido por transformação de fase; f) deflexão da trinca; g) ponteamento da trinca por fibras; h) ponteamento da trinca por partículas (Suresh,1998).

No fechamento da trinca induzido por óxidos, o excesso de detritos gerados pela corrosão pode promover o fechamento da trinca. As taxas de crescimento no limiar de propagação da trinca em aços de baixa resistência são aceleradas em ambientes áridos e com hidrogênio gasoso devido à ausência de umidade comparada com o ar. Como atmosferas úmidas resultam prontamente na formação de filmes de óxidos observáveis dentro da trinca, que tornam-se mais espessos sob baixas razões de carregamento por oxidação por *fretting*, ocorre uma quebra contínua e a reconstrução da faixa de óxido atrás da ponta da trinca devido a uma espécie de esmagamento junto a superfície da trinca como resultado do fechamento da trinca induzido pela plasticidade (Suresh *et al.*, 1981).

Os óxidos promovem o fechamento da trinca como resultado do contato entre as superfícies de fratura durante a carga cíclica, pois as cargas de fechamento são aumentadas e a gama do fator intensidade de tensão na ponta da trinca é diminuída, isto é, a presença de detritos de óxido aumenta efetivamente K_{min} (Suresh *et al.*, 1981).

Este mecanismo para crescimento trinca em ambientes corrosivos, no entanto, é específico para uma gama do fator intensidade de tensão no qual a espessura do óxido é da ordem da abertura da ponta da trinca (CTOD) (Suresh *et al.*, 1981).

2.4 Caracterização por EBSD (aplicações em aços microligados)

A difração por elétrons retroespalhados (EBSD), do inglês *Electron Backstatter Diffraction*, é uma técnica avançada relativamente recente associada ao microscópio eletrônico de varredura (MEV). Esta técnica surgiu inicialmente como difração retroespalhada de Kikuchi ou Difração de elétrons retro-espalhados de Kikuchi. Embora já se soubesse da ocorrência de difração no MEV, como os padrões formados são bastante ruidosos, seu aproveitamento só foi possível através do uso de técnicas de processamento de imagens. Atualmente, a técnica é aplicada para revelar diferentes características dos materiais cristalinos, tais como: tamanho de grão, característica do contorno de grão por meio de mapas de contorno de grão, orientações dos grãos por intermédio de figuras de polo (FP) e figuras de polo inverso (FPI), textura (FP, FPI e também função de distribuição da desorientação) e identificação de fases (associada à microanálise EDS). (Zhou e Wang, 2007).

Esta nova ferramenta abre uma ampla gama de possibilidades em termos de caracterização microestrutural, podendo ser utilizada para melhorar as relações entre microestrutura e propriedades mecânicas (Gutiérrez, 2013).

O princípio da técnica baseia-se na interação do feixe dos elétrons (ondas) com os cristais da rede que constituem a amostra. No microscópio eletrônico de transmissão, como os elétrons possuem uma natureza de baixo comprimento de onda (alta energia), eles são espalhados em diferentes ângulos formando a difração de elétrons. Sob um feixe de elétrons paralelo, as linhas de Kikuchi são formadas em amostras de espessura apropriada pelo espalhamento elástico dos elétrons que são subsequentemente espalhados elasticamente. Este espalhamento elástico produz os *spots* (máxima difração de Bragg) (Luo, 2016).

A formação da difração de Kikuchi é ilustrada na Figura 21. Quando um feixe de elétrons incide paralemante ao eixo ótico, ocorre sua difração somente pelos planos (*hkl*) e os raios difratados com o mesmo ângulo θ (ou n θ) são paralelos à

máxima difração de Bragg. Caso a amostra não esteja paralela ao eixo ótico, no espaço 3D, os raios difratados iriam formar um cone preenchido com excesso de elétrons na sua superfície (sem nada dentro do cone) e cada raio no cone ainda será formado pela lei de Bragg no ângulo θ referente ao plano (*hkl*). Uma vez que são difratados mais elétrons neste cone, no lado oposto ao plano (*hkl*), um cone é formado com deficiência em elétrons na superfície do cone (Luo, 2016).



Linhas de Kikuchi Figura 21. Formação dos padrões de Kikuchi na geometria do MET (Engler e Randler, 2010).

Quando os elétrons interceptam a esfera de Ewald (esfera do espaço recíproco com raio $1/\lambda$, sendo λ = comprimento de onda do feixe de elétrons), um par de linhas curvadas são formadas. Uma linha, por possuir excesso de elétrons, será mais clara e cruzada o *spot g* enquanto a outra linha será mais escura. Como o raio da esfera de Ewald é muito grande, as linhas curvas aparecem na imagem como linhas retas com pequenos comprimentos, conforme ilustrado na Figura 22. Conforme pode ser observado, o padrão de Kikuchi completo consiste de pares linhas paralelas onde cada par, ou banda, tem largura distinta e corresponde à uma plano cristalográfico (*hkl*) diferente. A interseção das bandas corresponde a um polo e a zona com maior

eixos são reconhecidas pela interseção de muitas bandas. A interpretação das linhas de Kikuchi consiste em duas etapas: determinação dos índices cristalográficos das bandas e dos polos e, em seguida, posição das bandas ou polos em relação a um determinado eixo da amostra.



Figura 22. Padrão EBSD para o cobre (voltagem de aceleração de 15 kV) (Engler e Randler, 2010).

No MEV, atualmente essas duas etapas são feitas em *softwares* (Engler e Randler, 2010). No EBSD do MEV, a difração ocorre devido à interação dos elétrons primários (retroespalhados) com os planos da rede próximo à superfície da amostra. A Figura 23 mostra o aparato utilizado no MEV para a análise EBSD. Três procedimentos são necessários para produzir o padrão EBSD: a amostra deve ser inclinada para atingir um ângulo >60° (70° é o mais usual); as bobinas de varredura devem ser desligadas para obter um feixe de elétron estacionário; um meio de gravação (geralmente uma câmera CCD – *charge coupled device*) deve ser colocado em frente à amostra inclinada para capturar o padrão de difração (Engler e Randler, 2010).



Figura 23. Ilustração da formação dos padrões de Kikuchi no EBSD do MEV (Engler e Randler, 2010).

O princípio de funcionamento baseia-se no fato de que somente os elétrons incidentes de alta energia (10-30 keV) e que difratam com uma energia espalhada de 200 ev contribuem para o padrão retroespalhado. Embora tenha sido observado a formação de padrões EBSD com inclinações >45° da amostra em relação ao feixe de elétrons incidente, para ter quantidade significativa de elétrons com alta energia que escapam da superfície é feita a inclinação de aproximadamente 70°. Esses elétrons de alta energia são originados numa camada superficial de aproximadamente 100 nm. Desta forma, a amostra pode ter tamanhos iguais aos utilizados no MEV, mas sua preparação requer um maior cuidado, pois durante as etapas de preparação deve-se minimizar ao máximo a deformação da superfície (Engler e Rangler, 2010; Totten e Lian, 2004).

A resolução espacial da técnica EBSD depende da interação do volume do feixe primário de elétrons e, consequentente, da fonte de elétrons utilizada. Por meio de canhões de emissão de campo (FEG – *Field Electron Gun*) é conseguida melhor resolução (Totten e Lian, 2004). Isso significa que, dependendo da fonte utilizada e o tamanho de grão, a técnica poderia estar limitada.

A seguir serão apresentados alguns exemplos de aplicações da técnica EBSD aplicada em aços microligados.

• Microtextura

Sasidhar *et al.* (2017) estudaram o efeito da textura na anisotropia das propriedades mecânicas de aços microligados ao Ti e Nb. Os autores analisaram o plano RD-TD da amostra observando a orientação cristalográfica dos grãos (Figura 24). Verificou-se que a fração volumétrica de grãos {001} planos paralelos à superfície de fratura de Charpy nas orientações estudadas é muito menor que os planos {011} e {112}.



Figura 24. a) Figura de polo inversa do plano RD-TD; b) distribuição dos grãos {100} (em vermelho) no plano RD-TD (Sasidhar *et al.*, 2017).

Para compreender a variação das propriedades mecânicas de acordo com a direção de ensaio, foi feita uma análise 3D da textura através da distribuição de orientação, que é mostrada na Figura 25. Constatou-se que a menor tensão de escoamento encontrada na direção RD em relação à TD é causada pela formação da fibra RD (<110> paralelo à RD) junto ao componente {112}<110> da fibra RD e do componente <110> paralelo à ND.



Figura 25. a) distribuição da orientação em diferentes seções φ_2 (plano RD-TD com eixo x da varredura paralelo à direção de laminação); b) seção $\varphi_2 = 45^{\circ}$; c) fração volumétrica de planos paralelos à superfície de fratura nas orientações RD e TD com ângulo limiar de ± 15° (Sasidhar *et al.*, 2017).

Mesotextura (textura entre os grãos)

A análise EBSD permite verificar o grau de orientação dos grãos, a característica do contorno de grão e também determinar o tamanho de grão de acordo com diferentes ângulos de desorientação. O tamanho de grão é determinado a partir da análise da mudança na orientação cristalográfica entre os pontos vizinhos da rede maiores que um ângulo mínimo pré-definido (Zhou e Wang, 2007). Deve-se atentar que o tamanho de grão metalográfico, que é aquele determinado através da caracterização microestrutural por meio da microscopia ótica tende a ser diferente, pois está técnica não é baseada na observação direta, mas no estudo das orientações

cristalográficas (Rancel *et al.*, 2011). Pode-se encontrar um tamanho médio de grão pequeno via microscopia ótica e não conseguir explicar a baixa tenacidade de um determinado material cristalino. No entanto, caso existam muitos grãos com orientações mais próximas, isto é, com baixo contorno de grão, isso poderá ser observado através da análise EBSD e determinar o tamanho de grão efetivo.

Bhattacharjee *et al.* (2004) determinaram o tamanho de grão efetivo de um aço microligado ao Nb para prever a tenacidade ao impacto do ensaio de Charpy. Neste trabalho, foram variados os parâmetros de laminação, pois segundo os autores, a laminação controlada envolve a uma deformação substancial da amostra na região intercrítica, que poderia resultar em grãos ferríticos que não foram completamente recristalizados e, portanto, a presença de contornos de baixo ângulo. Foi mostrado que o tamanho de grão metalográfico não é suficiente para a determinação da energia absorvida durante o ensaio e que o tamanho do grão efetivo considerando um limiar de 12º pode ser 100% maior que o tamanho de grão metalográfico. A escolha deste limiar foi feita com base na análise EBSD da orientação das facetas de clivagem, conforme mostrada na Figura 26a. Os ângulos de desorientação entre grãos foram medidos ao longo de 3 linhas desenhadas nesta figura, verificando-se que grãos a cerca de 12º podem ser eficientes no desvio da trinca. A Figura 26b mostra a figura de polo inversa para a direção normal analisada, verificando que as facetas de clivagem eram paralelas ao plano {100}.



Figura 26. a) faceta de clivagem do aço processado por laminação controlada; b) figura de polo inversa das orientações detectadas na superfície de fratura (Bhattacharjee *et al.*, 2004)

Novillo *et al.* (2005) também relataram a presença de alta concentração de contornos de baixo ângulo em aços processados termomecanicamente.

Em aços microligados bainíticos foi mostrado em diferentes trabalhos (Gourgues *et al.*, 2010; Nohava, 2002) que o aspecto microestrutural que controla a propagação da trinca por clivagem é o pacote cristalográfico, uma vez que somente contornos de alto ângulo do pacote bainítico (desorientação maior que 40°) podem eficientemente parar a propagação das microtrincas frágeis de clivagem. As trincas ignoram a existência de contornos de baixo ângulo, conforme mostrado por Kim *et al.* (2000). Uma desorientação de 10° não consegue notável desvio da trinca de clivagem. Outros autores mostraram que uma desorientação maior que 10-15° entre plano de clivagem {100}, que correspondem a dois pacotes bainíticos adjacentes, pode desviar a trinca consideravelmente (Mazancová *et al.*, 2005).

Rancel *et al.* (2011) verificaram o efeito do pacote cristalográfico bainítico na fratura de clivagem de aços de médio carbono. Os autores submeteram o aço a diferentes temperaturas de austenitização a fim de variar o tamanho do pacote bainítico. Verificou-se que o aumento da temperatura de austenitização eleva o tamanho do pacote da bainita. O pacote bainítico metalográfico apresentou um tamanho menor, cerca de um pouco mais de 1/3 do tamanho verificado por EBSD. Em conjunto com ensaios de Charpy, os autores verificaram que o critério que contola a propagação da trinca de clivagem é o tamanho do pacote cristalográfico medido por EBSD com critério de 15º de desorientação.

Lambert-Perlade *et al.* (2004) também investigaram o bloqueio das microtrincas de clivagem em aços de alta resistência e baixa liga com matriz bainítica. As análises EBSD (Figura 27) confirmaram que a propagação da trinca de clivagem é controlada por contornos de alto ângulo dos pacotes cristalográficos.



(c)

Figura 27. Microtrincas de clivagem obtidas com ensaios de emissão acústica interrompidos. a) Superfície de fratura após proágação da trinca de fadiga com algumas indexações. b) Mapa EBSD da seção polida. As linhas finas e grossas denotam os contornos de baixo e alto ângulo, respectivamente. c) Micrografia eletrônica de varredura e análise da desorientação ao longo do trajeto da trinca mostrando o bloqueito das trincas em contornos de alto ângulo (mesma área da figura b) (Lambert-Perlade *et al.*, 2004)

CAPÍTULO 3: MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais Utilizados

Neste trabalho foram utilizadas amostras de dois aços microligados, cuja composição química é apresentada na Tabela 3. Os teores de enxofre e fósforo foram mantidos abaixo de 0,002%p. Os aços foram recebidos na condição laminada a quente na forma de uma chapa com dimensões de 700 mm x 800 mm e espessuras de 12 mm (aço A) e 14 mm (aço B). Os parâmetros de laminação a quente utilizados na fabricação foram os mesmos. Este material foi fornecido pelo Centro de Pesquisa da ArcelorMittal Tubarão (AMT) localizada em Serra, Espírito Santo.

Elemento químico	Aço A	Aço B
С	0,041	0,087
Si	0,189	0,067
Mn	0,260	1,070
Cu	0,277	0,012
Ni	0,148	0,005
Cr	0,461	0,028
Мо	0,001	0,001
Nb	0,096	0,030
AI	0,034	0,031
Ν	0,0040	0,0037
Ti	0,01	0,001
Са	0,0047	0,0020
Carbono equivalente (API 5L, 2004)	0,0998	0,1449

Tabela 3. Composição química (% em peso) dos aços estudados neste trabalho

3.2 Métodos

O fluxograma mostrado na Figura 28 apresenta a sequência da metologia utilizada para caracterizar a microestrutura, a subestrutura e as propriedades mecânicas, bem como as fraturas dos aços analisados.



Figura 28. Fluxograma da metodologia utilizada neste trabalho.

3.2.1 Caracterização Micro e Subestrutural

A caracterização microestrutural foi realizada utilizando-se os microscópios confocal a laser (MC) OLYMPUS LEXT OLS4000, microscópio eletrônico de varredura (MEV) JEOL JSM-6460LV da COPPE/UFRJ e microscópios eletrônicos de transmissão (MET) TECNAI GF20 – FEG (LCE/UFSCAR) e JEOL JEM 2010 (IME).

3.2.1.1 Preparação Metalográfica para MC e MEV

Utilizou-se as etapas convencionais de preparação metalográfica: corte; embutimento a quente em baquelite; lixamento e polimento de 1 micron e 0,5 microns.

Para revelar a microestrutura do aço estudado, bem como a morfologia das fases presentes e as impurezas, foi realizado o ataque químico com uma solução de Nital 2% (2 ml de HNO₃ em 98 ml de álcool etílico 95%).

3.2.1.2 Preparação Metalográfica para MET

Inicialmente foi realizado o corte do material do material a fim de obter barras das amostras com seções quadradas de 5 mm x 5 mm. Posteriormente essas seções foram reduzidas a um diâmetro de 3 mm.

A fim de obter 15 amostras na forma de discos de cada aço, foi realizado um afinamento intermediário através do corte com disco diamantado no MINITON STRUERS, o qual é capaz de obter amostras com espessuras menores que 1 mm. Em seguida, esta amostra foi lixada até adquirir espessura entre 70 e 100 microns.

O afinamento final foi realizado através do polimento eletrolítico no aparelho Twin Jet Polishing Tenupol-5 da Struers. Utilizou-se como eletrólito uma solução de ácido perclórico (10%) e ácido acético (90%) a uma temperatura de aproximadamente -18°C com nitrogênio líquido e corrente de 50 mA.

3.3 Análise Microestrutural e Identificação de Fases

Para obtenção de micrografias da microestrutura das amostras previamente atacadas foram utilizados o microscópio ótico confocal OLYMPUS LEXT OLS4000 e o MEV de marca Shimadzu, modelo SSX-550, além do MEV da marca JEOL, modelo JEOL JSM-6460LV. A microestrutura e subestrutura também foram analisadas por MET TECNAI GF20 –FEG (LCE/UFSCAR) e JEOL JEM 2010 (IME). As análises da composição química para identificação das fases e das partículas presentes foram feitas mediante o detector EDS acoplado ao MEV e ao MET.

3.2.1.3 Análise quantitativa do tamanho de grão e das partículas

A medida do tamanho médio de grão metalográfico dos aços foi realizada com base na técnica do intercepto linear de Heyn descrita na norma ASTM E 112. Foram utilizadas 15 micrografias na contagem do tamanho de grão, as quais foram obtidas no microscópio ótico confocal. Em cada micrografia foram feitas 5 linhas de teste para medição dos tamanhos de grão no *software* ImageJ. A contagem foi feita utilizando linhas de teste na direção L (paralela à laminação/RD) e na direção T (transversal à direção de laminação/TD).

3.2.1.4 Análise quantitativa da fração volumétrica das fases

A determinação da fração volumétrica das fases foi realizada utilizando 15 micrografias obtidas no microscópio confocal OLYMPUS OLS 4000 de cada amostra. Foi utilizado o método sistemático da contagem de pontos estabelecido pela norma ASTM E 562 com uma grade de 256 pontos.

3.2.2 Análise da Microtextura e da Mesotextura

A análise da microtextura e mesotextura foi realizada no MEV Philips XL30 SFEG com câmera EBSD Hikari EDAX acoplada. As amostras foram seccionadas a baixa rotação utilizando um disco diamantado na cortadora MINITON Struers. Em seguida, foi realizado o embutimento a frio com resina epóxi de modo que o plano RD (direção de laminação) x TD (direção transversal à laminação) da seção intermediária pudesse ser analisado. As amostras foram lixadas utilizando as lixas de SiC de 240, 320, 400, 600, 800 e 1200 mesh. O polimento foi realizado numa polidora automática em três etapas. Primeiramente foram executados polimentos com alumina em suspensão de 1 micron e 0,3 micron por 10 minutos cada. O polimento final foi feito com sílica coloidal de 0,05 microns por 24 horas.

Os dados foram compilados utilizando o *software* OIM de onde foram extraídas as figuras de qualidade EBSD, figuras de polo inversa, mapas de orientação cristalográfica (com ângulo de tolerância de 15°), função de distribuição de orientação, grau de desorientação dos contornos de grão, mapa de contorno de grão e mapa de desorientação média Kernel.

3.2.3 Ensaios Mecânicos

A seguir são descritos os ensaios mecânicos que foram utilizados para a execução desta pesquisa. É importante ressaltar que os ensaios de tração, tenacidade à fratura e de propagação de trincas por fadiga foram executados na direção paralela e perpendicular à direção de laminação.

3.2.3.1 Ensaios de Microdureza e Dureza Vickers

Para os ensaios de dureza e microdureza Vickers foi utilizado o microdurômetro Shimadzu HMV-2. Em cada aço foi foram feitas 15 medições no plano RD (direção de laminação) x TD (direção transversal). Durante o ensaio de dureza e microdureza foram aplicadas respectivamente cargas de 0,24 N e 19,61 N por 10 segundos.

3.2.2.3 Ensaio de tração

Os ensaios de tração foram realizados na máquina universal de ensaios MTS 810 250 kN com velocidade da máquina de 0,2 mm/min segundo a norma ASTM E8M-16a nas direções L (longitudinal) e T (transversal). Foram utilizados 3 corpos de prova do tipo *dog-bone* (seção transversal retangular), cujas dimensões são apresentadas na Tabela 4 e na Figura 29.

Parâmetro	Dimensão (mm)				
G	$25\pm0,1$				
А	32 (mín.)				
L	100 (mín.)				
W	$6\pm0,1$				
В	30 (mín.)				
Т	6,25				
С	10 (aprox.)				
R	6 (mín.)				

Tabela 4. Dimensões dos corpos de prova de tração do tipo dog bone


Figura 29. Corpo de prova de tração do tipo *dog bone* (ASTM E8)

Vale ressaltar que este ensaio foi essencial para dar início aos ensaios mecânicos descritos posteriormente, visto que as propriedades mecânicas determinadas através deste ensaio são necessárias para definir os parâmetros utilizados na máquina de ensaios dinâmicos.

3.2.3.2 Ensaio de Impacto Charpy

Os ensaios de impacto Charpy foram realizados na máquina de ensaio de impacto RKP 450 Hammer Zwick/Roell do Laboratório de Testes Mecânicos da ArcellorMittal Tubarão, seguindo a norma E23-12c. Foram utilizados corpos de prova retirados na direção transversal com entalhe V (CVN 10 mm x 10 mm x 55 mm) na direção de laminação.

O resfriamento das amostras foi realizado no equipamento GLACIER de marca Thermo Scientific da Serie G50 Ultra-Low Refrigered Circulators. Foram utilizados como meios de resfriamento o álcool etílico 95% PA e nitrogênio líquido. Durante o resfriamento, as amostras serão imersas no meio refrigerante a temperatura do ensaio durante, no mínimo, 10 minutos para atingir a temperatura do ensaio. Os corpos de prova para o ensaio de 20°C não serão imersos no álcool, pois esta será a temperatura ambiente aproximada. Para cada temperatura, foram realizados 3 ensaios.

Após o ensaio as superfícies de fratura dos corpos de prova foram analisadas no microscópio eletrônico de varredura JEOL JSM 7100F.

3.2.2.4 Ensaios de propagação de trincas por fadiga

A taxa de propagação de trinca foi obtida através da obtenção das curvas de taxa de crescimento da trinca (da/dN) *versus* variação da intensidade de tensão (ΔK) geradas por intermédio de ensaio de fadiga (carregamento cíclico) de acordo com a norma ASTM E647 – 15e1. Foram utilizados corpos de prova C(T), cujas dimensões são apresentadas na Figura 30 e detalhes do entalhe são apresentados na Figura 31. É válido ressaltar que nestes corpos de prova foi realizado um pré-trincamento por

fadiga segundo a norma ASTM E1820. Após a trinca ter adquirido aproximadamente 14 mm, iniciou-se o ensaio de propagação de trinca por fadiga com carga máxima igual a 5000 N e uma razão de tensão igual a 0,1. De cada aço, foi realizado o ensaio em um corpo de prova nas orientações T-L e L-T, sendo que a primeira letra indica o eixo de aplicação de carga e a segunda direção do entalhe.



Figura 30. Corpo de prova *Compact Tension* C(T). W = 50 mm, B = 6,25 mm.



Figura 31. Detalhes do entalhe dos corpos de prova C(T)

A execução dos ensaios foi feita a partir do segundo estágio da curva de Paris até a fratura numa máquina de ensaios dinâmicos servo-hidráulica da marca MTS, modelo 810.23M do Laboratório de Ensaios Estruturais da Divisão de Sistemas Aeronáuticos do Instituto de Aeronáutica e Espaço. A amplitude utilizada foi constante, a frequência de 20 Hz e onda de forma senoidal. A aquisição dos dados foi realizada por um *software* específico. A medida da abertura e do comprimento da trinca foi medida por um extensômetro *clip gage* MTS 63202F-20, conforme mostra a Figura 32.



Figura 32. Montagem dos ensaios de propagação de trinca por fadiga.

Durante o ensaio o tamanho da trinca foi monitorado e obtido indiretamente pelo método *compliance*. O tamanho da trinca do corpode de prova do tipo CT foi estimado por meio da Equação (7) (ASTM E399, 2012).

$$\frac{a}{W} = 1,000 - 4,500.U + 13,157.U^2 - 172,551.U^3 + 879,944.U^4 - 1514,671.U^5$$
(7)

Sendo:

$$U = \frac{1}{1 + \sqrt{\frac{E'BV_m}{P}}}$$
(8)

Onde:

E' é o módulo de elasticidade

V é o coefiente de Poisson;

V_m é o deslocamento de abertura da boca da trinca;

P é a carga alicada;

V_m/P é a incliniação da curva *versus* deslocamento COD, obtida durante o ensaio.

Após determinação do tamanho da trinca, foi calculado o fator intensidade de tensão por meio da Equação (9) (ASTM E647,2015).

$$K = \frac{P}{\sqrt{BW}} f\left(\frac{a}{W}\right) \tag{9}$$

Sendo:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{\left(2 + \frac{a}{W}\right) \left[0,886 + 4,64.\frac{a}{W} - 13,32\left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14,72\left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5,6\left(\frac{a}{W}\right)^4\right]}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}}$$
(10)

e a variação do fator intensidade de tensão, ΔK , igual a:

$$\Delta K = K_{m\acute{a}x} - K_{m\acute{n}} \tag{11}$$

Onde:

 $K_{máx}$ e K_{min} correspondem aos fatores intensidade de tensão máximo e mínimo, respectivamente.

O grau de fechamento da trinca foi calculado pela Equação (12).

$$U = \frac{\Delta K_{eff}}{\Delta K} \tag{12}$$

Sendo a variação do fator intensidade de tensão efetivo ΔK_{eff} igual a:

$$\Delta K_{eff} = K_{m\acute{a}x} - K_{op} = \frac{Pm\acute{a}x - P_{cl}}{\sqrt{BW}}$$
(13)

Onde:

 K_{op} é o fator intensidade de tensão que a trinca começa abrir;

 P_{cl} é igual a carga de fechamento da trinca.

CAPÍTULO 4: RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterização Microestrutural e Substrutural

4.1.1 Microscopia Confocal

Na Figura 33 a-c são apresentadas micrografias obtidas do aço A nos planos ND-TD, ND-RD e RD-TD, respectivamente. Pode-se observar que a microestrutura é predominantemente ferrítica com a presença de cementita e outros precipitados e inclusões como partículas de segunda fase. Não é observado um alongamento severo dos grãos, sendo este apenas perceptível na direção RD na Figura 33b. A ausência de bandeamento da microestrutura indica baixa segregação de alguns elementos como C e Mn durante a solidificação no lingotamento contínuo (Krauss, 2017). Isso pode estar associado ao fato de que esses elementos estão presentes num teor baixo.

Uma vez que o material foi submetido a um processo de laminação a quente, não foi observado o alongamento preferencial de muitos grãos em uma direção. Segundo Novikov (1978), esta característica é prevista para materiais que sofreram recristalização dinâmica, enquanto na recuperação dinâmica os grãos se tornam alongados. É ainda possível encontrar subgrãos equiaxiais. Segundo o mesmo autor, isso se deve ao processo de repoligonização. Como algumas regiões iniciam a recristalização antes, sofrem o encruamento e recuperação dinâmica.

Como na maioria dos casos, a deformação durante o processamento é heterogênea e, devido à mudança da orientação dos cristais durante esta deformação, regiões com diferentes orientações são desenvolvidas dentro do grão original. Consequentemente, na microestrutura do aço A foram encontradas regiões apontadas com uma seta onde houve a subdivisão do grão formando subcontornos.

É preciso ressaltar ainda que, embora a austenita tenha baixa energia de falha de empilhamento, o que favoreceria principalmente a recristalização, outros fatores devem ser considerados para entender a formação de subgrãos. São eles: baixo teor de soluto, a alta deformação e a temperatura de processamento (Humpreys e Hatherly, 2004). Além disso, deve-se considerar que a presença de precipitados que inibem a recristalização acaba favorecendo o processo de recuperação dinâmica, uma vez que tratam-se de processos concorrentes.





Figura 33. Microestrutura (MC) do aço A nos planos a) ND – TD; b) ND – RD; c) RD – TD.

Na Figura 34 a-c é mostrada a microestrutura do aço B nos planos ND-TD, ND-RD e RD-TD, respectivamente. Verifica-se que a microestrutura é constituída principalmente de ferrita poligonal (PF), quase poligonal (QPF) e também ferrita acicular (AF). Em algumas regiões, a cementita concentrou-se em pequenas bandas alinhadas principalmente nos contornos da ferrita poligonal e quase poligonal, evidenciando a segregação de carbono (como indicado na Figura 34 a). A ausência de alongamento dos grãos de ferrita em determinadas regiões indica a ocorrência do processo de recristalização dinâmica, conforme já mencionado.



Figura 34. Microestrutura (MC) do aço B nos planos a) ND – TD; b) ND – RD; c) RD – TD.

Ao comparar a microestrutura dos dois aços, nota-se que no aço B houve favorecimento da formação de produtos de temperaturas de transformação mais baixas, como a ferrita acicular. Já no aço A, verificou-se que a microestrutura é constituída de uma combinação de grãos ferríticos poligonais e quase poligonais com menor fração de partículas de segunda fase. A formação de produtos de temperatura de transformação mais baixas, como da ferrita acicular, já foi atribuída por outros autores à presença de manganês (Evans e Bailey, 1997; Farrar e Harrison, 1987). Este efeito pode ser associado à diminuição da temperatura na qual ocorre a transformação da austenita para ferrita em decorrência da estabilização da austenita (Totten, 2007). Embora Farrar e Harrison (1987) tenham verificado que o manganês em solução sólida suspende a formação de ferrita acicular e perlita, Chai *et al.* (2014) e Wang *et al.* (2018) encontraram que a formação de zonas empobrecidas em

manganês ao redor das inclusões favorece a formação de ferrita acicular. A microestrutura encontrada no aço A se assemelha a de um aço de baixo teor de manganês (0,03-0,06%p.) e nióbio (0,1-0,5%p.) desenvolvido pela ArcelorMittal para aumentar a resistência ao trincamento induzido pelo hidrogênio de aços API 5L x52 (Nayak *et al.*, 2008).

Na Figura 35 pode-se comparar o tamanho de grão ferrítico metalográfico dos dois aços nas direções RD e TD. Pode-se observar que o aço A tem menor tamanho de grão ferrítico, indicando que provavelmente tanto os processos de recristalização dinâmica como crescimento de grão foram mais limitados neste aço. A partir dos tamanhos médios de grãos, foram determinados os tamanhos de grãos ASTM mostrados na Figura 36.



Figura 35. Tamanho de grão médio dos aços A e B



Figura 36. Tamanho de grão ASTM dos aços A e B

A análise da fração volumétrica de partículas de segunda fase de cada aço é mostrada na Figura 37. Observou-se que o aço A apresenta maior fração volumétrica de fração volumétrica de ferrita, enquanto o aço B apresenta maior fração volumétrica de partículas de segunda fase.



Figura 37. Fração volumétrica de partículas de segunda fase para os aços A e B.

4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

Aço A

Na Figura 38 a e b são mostradas imagens de elétrons secundários do aço A. Constatou-se baixa fração volumétrica de partículas de segunda fase, já verificada por microscopia confocal. A Figura 38b é uma área representativa da microestrutura onde foi realizada microanálise EDS das regiões dos pontos 1-4. Os pontos 1-3 estão situados sobre precipitados nos contornos de grão ferrítico, enquanto o ponto 4 encontra-se sobre a matriz. Embora tenha-se escolhido regiões distintas, conforme pode-se observar nos espectos referentes a estes pontos na Figura 39, constatou-se a presença dos mesmos elementos, indicando que a matriz de Fe- α (CCC) apresenta C, Cr, Ni e Si.



Figura 38. Micrografia do aço A em menor (a) e maior (b) aumento



Figura 39. Espectros da microanálise EDS dos pontos mostrados na Figura 38.

Na Figura 40 é mostrada outra imagem de elétrons secundários e espectos da microanálise EDS realizada sobre os pontos 1-5. Observou-se novamente que não houve variação dos elementos presentes nas regiões tanto dos precipitados como da matriz. Isso mostra que a técnica utilizada não é a mais recomendada para tal análise neste caso. Provavelmente, estes precipitados tratam-se de cementita ou carbeto de cromo.





Aço B

Nas imagens de elétrons secundários da Figura 41 observa-se que a microestrutura do aço B é constituída de ferrita poligonal, quase-poligonal e acicular, além de grãos de perlita. Também verificou-se que a fração volumétrica de partículas de segunda fase é maior. Desta forma, foi ampliada uma região representativa da microestrutura (assinalada da Figura 41b) para observação e microanálise química EDS das partículas presentes.



Figura 41. Micrografias do aço B em menor (a) e maior (b) ampliação

A imagem de elétrons secundários desta região e os espectros de microanálise EDS dos pontos 1-3 são mostrados na Figura 42. Como as partículas são muito pequenas, não foi possível determinar os principais elementos que as constituem. Além de Fe, Cr, Ni e Si, verificou-se a presença de manganês em todos os espectos devido ao maior teor deste elemento no aço.



Figura 42. Micrografia do aço B (a) e os respectivos espectros dos pontos 1-3.

4.1.3 Microscopia Eletrônica de Transmissão

• Aço A

Na Figura 43 são mostradas micrografias STEM de imagens em campo claro (a, c, e) e sua correspondente imagem em campo escuro (b, d, f) com baixos e grandes aumentos. É possível observar nestas imagens que a microestrutura nesta região é constituída de grãos e subgrãos de ferrita com pequenos precipitados dispersos. Verificou-se que, em geral, o aço apresenta subestrutura com baixa densidade de discordâncias, indicando a ocorrência de recristalização dinâmica.

A região delineada da Figura 43a foi ampliada, obtendo-se a micrografia da Figura 43c. Nela, pode-se observar subgrãos e a presença de partículas nanométricas dispersas principalmente dentro dos grãos ferríticos e que houve pouca precipitação nos contornos e subcontornos da ferrita (seta).

Uma área representativa da subestrutura no interior de um subgrão é apresentada na Figura 43e. Pode ser verificado que, além das partículas nanométricas, também estão presentes linhas de discordâncias livres na matriz.



Figura 43. Imagens em campo claro (a, c, e) e campo escuro (b, d, f) da microestrutura e substrutura do aço A com baixos e grandes aumentos. Observa-se grãos e subgrãos da ferrita, partículas nanométricas e linhas de discordâncias livres.

Uma região de outra amostra do aço A mostrando esta microestrutura é apresentada nas micrografias da Figura 44. Na Figura 44a tem-se uma imagem em campo claro da microestrutura com baixo aumento destacando os grãos e subgrãos da ferrita. Na Figura 44b apresenta-se uma imagem com aumento maior da área indicada na Figura 44a, na qual se observam pequenas partículas elipsoidais (círculo B) e as discordâncias livres na matriz. A micrografia da Figura 44c é uma imagem em campo escuro da área do círculo A da Figura 44d, obtida com o spot indicado na figura de difração da Figura 44d. Esta figura de difração sobre a área A mostra a incoerência das partículas.



Figura 44. (a) grão e subgrãos de ferrita; (b) pequenas partículas e discordâncias; (c) imagem em campo escuro da área A; (d) figura de difração da área A com spot utilizado para imagem (c).

Na Figura 45 são mostrados dois precipitados elipsoides cuja composição química foi investigada. Foi feita microanálise EDS pontual sobre estes precipitados, apontados pelos números 1 e 2. Para fins comparativos, também foi feita microanálise sobre a matriz, representada pelo número 3. Ao comparar os espectros respectivos a estas microanálises na Figura 46, verificou-se que estes precipitados, que possuem tamanhos menores que 50 nm, são ricos em Nb e Ti. Segundo Vervynckty *et al.*

(2009), precipitados como Fe₂Nb, Nb₂C, Fe₃Nb₃C são regularmente encontrados em aços inoxidáveis, mas nunca foi relatada sua presença em aços microligados. Os precipitados encontrados tratam-se provavelmente de carbetos, nitretos ou carbonitretos destes elementos.



Figura 45. Imagem de TEM em campo claro correspondendo a precipitados elipsoides e matriz ferrítica.



Figura 46. Espectros da microanálise das áreas apresentadas na Figura 45.

Na Figura 47 são mostradas partículas com morfologia irregular. Conforme pode ser observado na micrografia de campo escuro, o contraste das partículas é diferente, indicando que são ricas em diferentes elementos. A microanálise EDS pontual de 1 e 2 é mostrada na Figura 48. Em ambas se encontrou altos picos de Fe e Si. A maior partícula também possui S e Ca, tratando-se de uma inclusão não metálica de sulfeto de cálcio. Já a menor partícula é rica em Nb e Ti.



Figura 47. Imagens de STEM de partículas de segunda fase irregulares em campo claro (a) e campo escuro (b).



Figura 48. Espectros da microanálise EDS dos pontos da Figura 47 a) ponto 1; b) ponto 2.

Para analisar a distribuição dos principais elementos de liga e microliga na microestrutura deste aço foi realizado um mapeamento elementar por dispersão de raios X. Na Figura 49 pode-se observar a presença de muitos precipitados elipsoidais. O mapeamento (Figura 49 b-d) mostra que os elementos Fe, Cr e Si encontram-se distribuídos homogeneamente por toda microestrutura e que os precipitadots nanométricos são ricos principalmente em Nb e Ti, tratanto-se provavelmente de carbetos, nitretos ou carbonitretos destes elementos. Previamente já foi mostrado que o TiN age como embrião para formação do NbC (Craven *et al.*, 2010, Hong *et al.*, 2002).



Figura 49. Mapeamento elementar por dispersão de raios X

Com relação à orientação cristalográfica destes precipitados com a matriz, pode-se dizer que são incoerentes. Isto foi verificado de acordo com as figuras de difração de área selecionada obtidas na matriz contendo estas partículas, conforme mostrado na Figura 50.



Figura 50. Imagem em campo escuro em regiões contendo nanoprecipitados (a e c) e suas respectivas figuras de difração (b e d).

Na Figura 51 são mostradas imagens de campo escuro evidenciando outras partículas. A partir das figuras de difração obtidas com o feixe alinhado à direção [111] mostrada na Figura 52, verificou-se que relação cristalográfica destas partículas com a matriz ferrítica é de incoerência.



Figura 51. Imagens em campo escuro referentes aos spots 1 e 2 da figura de difração (Figura 52).



Figura 52. Figura de difração com feixe alinhado à direção [111] (a) e indexação dos spots da matriz ferrítica (b)

Aço B

Na Figura 53 são mostradas micrografias STEM em campo claro (a, c) e campo escuro (b, d) do aço B. Observou-se que a microestrutura apresenta grãos e subgrãos ferríticos com densidade de discordâncias distinta.

A Figura 53c apresenta em maior magnitude a região indicada na Figura 53a. Nela observou-se que o subgrão apresenta alta densidade de discordâncias, sendo algumas dispostas em paralelo por estarem deslizando no mesmo plano e o empilhamento das mesmas no subcontorno apontado pela seta, o que poderia indicar alta desorientação do subcontorno. A fim de investigar a distribuição dos elementos nesta região, foi obtido o mapeamento EDS da Figura 54. Verificou-se um precipitado rico em cromo e outro com morfologia globular que se trata, na verdade, de um duplex contendo sulfeto de manganês na região inferior e Nb na região superior.

Torkamani *et al.* (2018) estudaram o efeito de elementos de terras raras em aços microligados, verificando que, no aço sem adição destes, o nióbio é acumulado ao redor das partículas de manganês. Neste trabalho é mostrado que o baixo teor de manganês (0,26%p.) utilizado no aço A reduz significativamente este efeito, uma vez que não foram encontradas partículas de sulfeto de manganês contendo nióbio. Essas partículas agem como sítios preferenciais para nucleação de precipitados de nióbio. Desta forma, a redução de Mn garante que sejam formados precipitados ricos em nióbio livres, tais como NbC e NbCN e outros carbetos e carbonitretos complexos contendo outros elementos microligantes como Ti, que são responsável pelo refino do tamanho de grão ferrítico.



Figura 53. Micrografias de STEM em campo claro (a-c) e campo escuro (b-b).



Figura 54. Micrografia em campo escuro (a) e mapeamento de raios X característicos (b-f).

Na Figura 55 é mostrada uma região contendo partículas de segunda fase com diferentes morfologias. Foi realizada microanálise EDS sobre as áreas 1-4, que são mostradas em maior aumento na Figura 56.



Figura 55. Micrografias STEM em campo claro (a) e campo escuro (b)



a) Ponto 1 b) Ponto 2 c) Ponto 3 d) Ponto 4 Figura 56. Micrografias em campo escuro (TEM) das partículas apontadas na Figura 55

O espectro do ponto 1 é apresentado na Figura 56. Verificou-se altos picos de Fe e Si. Estes elementos estão presentes em toda matriz conforme apresentado na análise por mapeamento EDS, indicando que a partícula analisada provavelmente trata-se de carbeto de ferro – cementita.



Figura 57. Espectro da ponto 1 da Figura 55

No ponto 2 encontra-se um precipitado elipsoide com diferentes contrastes entre as regiões central e periférica. Foi verificado alto pico de Mn, além de Nb. Certamente a região central é mais rica em manganês que, por apresentar menor número atômico em relação ao nióbio, aparece mais escura. Já a região periférica é mais rica em nióbio.



Figura 58. Espectro do ponto 2 da Figura 55

O precipitado do ponto 3 apresenta morfologia de bastonete e, conforme mostra o espectro da Figura 59, são formados dos mesmos elementos do precipitado do ponto 2, mas não existe contrastre entre as regiões periférica e central.



Figura 59. Espectro do ponto 3 da Figura 55

A área 4 apresenta um precipitado irregular. Conforme pode ser visto na Figura 60, ele contem principalmente Nb e Mn.



Figura 60. Espectro do ponto 4 da Figura 55

Na Figura 61 são mostrados alguns precipitados nanométricos encontrados no interior da ferrita. Foi realizada microanálise EDS sobre os precipitados assinalados na micrografia. Com maior aumento, os precipitados que foram analisados podem ser observados individualmente na Figura 62.



Figura 61. Micrografias STEM em campo claro (a) e campo escuro (b)



Figura 62. Micrografias em campo escuro (TEM) das partículas apontadas na Figura 61.

Nas Figuras 63-66 são mostrados os espectros dos pontos 1-4 das Figuras 63 e 64. Conforme pode ser observado, o precipitado do ponto 1 é rico em Mn e Nb. Os precipitados dos pontos 2 e 3 tratam-se de sulfetos de manganês contendo nióbio e titânio. No precipitado do ponto 3 ainda foi observado um baixo pico de cálcio. Já o precipitado do ponto 4, apesar de conter Mn, Nb e Ti, não apresenta S, não tratando-se de um sulfet.



Figura 63. Espectro do ponto 1 da Figura 61



Figura 64. Espectro do ponto 2 da Figura 61



Figura 65. Espectro do ponto 3 da Figura 61



Figura 66. Espectro do ponto 4 da Figura 61

A partir das análises realizadas confirmou-se o acúmulo de Nb nas partículas de sulfeto de manganês. Além de reduzir o refino do tamanho de grão ferrítico promovido pelo nióbio no aço B e favorecer a formação de produtos de temperaturas de transformação mais baixas, o maior teor de manganês forma sulfetos, que atuam como sítios para formação de trincas devido ao trincamento induzido pelo hidrogênio (Mohtadi-Bonab e Eskandari, 2017) e tende a causar segregação central, conforme já relatado por outros autores (Mendoza *et al.*, 2012).

A Figura 67 mostra imagens em campo claro (a), campo escuro (b) e difração da área selecionada (c). Esta micrografia mostra uma região próxima a um contorno de grão apresentando discordâncias e partículas de segunda fase. A figura de difração mostra incoerência das partículas de segunda fase analisadas.



Figura 67. Imagem em campo claro (a); campo escuro (b) e figura de difração de área selecionada (c).

C))

4.2 Difração de elétrons retroespalhados (EBSD)

4.2.1 Análise da Microtextura dos aços A e B

Na Figura 68 são mostradas respectivamente as imagens de qualidade EBSD dos aços A e B utilizados para análise EBSD. Pode-se observar que a preparação das amostras foi efetiva e que os contornos de grãos estão bem definidos.

As figuras de polo inversa retiradas do plano RD-TD são apresentadas na Figura 69. Observou-se baixa densidade de direções <001>||ND (cor vermelha) tanto no aço A como no aço B.



Figura 68. Imagens de qualidade EBSD do aço A (a) e B (b).



Figura 69. Figura de polo inversa do plano RD-TD do aço A (a) e B (b)

As Figuras 70 e 71 apresentam figuras de polo inversa que apontam para as orientações predominantes nos eixos ND, RD e TD do aço A e B, respectivamente. Na Tabela 1 são apresentadas as direções cristalográficas predominantes dos grãos encontrados nos eixos ND, RD e TD para os dois aços determinadas segundo as figuras de polo inversa. Verificou-se a predominância das direções <111> e <101>, respectivamente, nos eixos ND e RD dos dois aços analisados. Já no eixo TD, as direções <111> foram predominantes no aço A, enquanto no aço B encontrou-se um maior número de direções <112>.



Figura 70. Figuras de polo inversa das direções ND, RD e TD do aço A



Figura 71. Figuras de polo inversa das direções ND, RD e TD do aço B

Tabela 5. Direções	s cristalográficos	predominantes	dos grãos	paralelos a	os eixos N	JD,
RD e TD.	-		-	-		

	Direção cristalográfica predominante		
Eixo	Aço A	Aço B	
ND	<111>	<111>	
RD	<101>	<101>	
TD	<111>	<112>	

Os gráficos da Figura 72 mostram o volume total de direções cristalográficas detectadas paralelas aos eixos ND, RD e TD nos aços A e B a partir de um mapa de direções cristalográficas com grau de tolerância de 15°. A divergência entre os dados encontrados na figura de polo inversa e neste gráfico se deve ao grau de tolerância utilizado.

Foi possível verificar que no aço A as direções <001> e <111> são predominantes na direção paralela ao eixo TD. A fração volumétrica de grãos contendo direções <101> é maior na direção paralela ao eixo RD.

Já no aço B é observado que a fração das direções <101> foi menor em todos os eixos em relação ao aço A. No entanto, do mesmo modo, as direções <101> são predominantes na direção paralela ao eixo RD, enquanto no eixo TD o volume de direções <001> foi superior em relação aos outros eixos. Previamente foi relatado por alguns autores (Joo *et al.*, 2014) que a presença mais pronunciada de <110>||RD aumenta a resistência na direção paralela à TD.



Figura 72. Volume (%) de direções paralelas ao eixo ND, RD e TD (15º de tolerância).

Nas Figuras 73 e 74 são mostradas as funções de distribuição de orientação no espaço de Euler para diferentes seções equidistantes de Φ_2 . As seções $\Phi_2 = 0^\circ$ e $\Phi_2 = 45^\circ$ com as notações de Bunge encontradas para os aços A e B são mostradas nas Figuras 75 e 76, respectivamente.



Figura 73. Transformação da textura na seção Φ_2 da função de distribuição de orientações cristalográfica do aço A varrido no plano RD-TD escaneado com eixo x paralelo à 0° da direção RD.



Figura 74. Transformação da textura na seção Φ_2 da função de distribuição de orientações cristalográfica do aço B varrido no plano RD-TD escaneado com eixo x paralelo à 0° da direção RD.
Na seção $\Phi_2 = 0^\circ$ do aço A foi observada a formação da fibra teta <001>||ND e a existência do componente de textura {001}<110>, proveniente da transformação do componente cubo da austenita recristalizada (Suwas e Ray, 2014). Os componentes de maior intensidade neste aço na seção $\Phi_2 = 0^\circ$ foram {011}<311> e {011}<011>, componentes da fibra σ <011>||ND. No outro aço, mas na mesma seção, verificou-se maior intensidade do componente {011}<311> e mais baixa intensidade de componentes da fibra teta <001>||ND.



Figura 75. Função de distribuição de orientações cristalográficas nos aços A (a) e B (b). Seção $\Phi_2 = 0^{\circ}$

Na seção $\Phi_2 = 45^{\circ}$ (Figura 76) foram observados componentes da fibra α <110>||RD. Esta seção é importante por mostrar componentes de laminação e recristalização relevantes. Por se encontrar no estado plano de deformação, a placa sofre pouca deformação na direção TD comparada com as deformações nas direções RD e ND e, com -exceção das superfícies, a deformação de cisalhamento é quase insignificante. Consequentemente, a fibra α é comumente encontrada após laminação convencional juntamente com uma fibra γ relativamente forte (Joodaki *et al.*, 2017, Sanjari *et al.*, 2016).

Nos aços A e B observou-se maior intensidade do componente $\{111\}<110>$, pertencentes à fibra α . Alguns autores associam este componente de textura à recristalização (Haldar *et al.*, 2008), mas outros já mostraram que esta orientação torna-se dominante devido ao fenômeno de recuperação (Gazder *et al.*, 2011). Nesta

mesma fibra, foram encontrados outros componentes de relativa intensidade no aço A, são eles: {233}<110>, {332}<110> e {311}<110>. Os componentes {223}<132>, {111}<011> e {331}<123> mostraram maior intensidade no aço A em comparação ao aço B. Xiao *et al.* (2012) observou que {111}<110> gira ao redor da direção RD e gradualmente aproxima-se de {112}<110> com o aumento da deformação.

Ainda nesta seção, foi possível verificar a presença do componente Latão nos dois aços. Paralelos ao eixo TD do aço B foram verificados os componentes {111}<112> e {554}<225>. O primeiro componente é referenciado como textura de recristalização (Humpreys e Hatherly, 2004), enquanto o segundo indica a deformação da ferrita e é benéfico para ductilidade e também tenacidade do aço (Sasidhar *et al.*, 2017). Já no aço A, paralelo ao eixo TD, foi encontrada a orientação Goss {001}<001>. O significado da formação de cada orientação é bastante contraditório e precisa ser associado a outras análises para melhor entendimento. A presença do componente de textura latão transformado {554}<225> é considerado por Haldar *et al.* (2008) como um componente de textura proveniente da transformação da textura do latão {110}[111] devido à deformação da austenita. No entanto, Rollett *et al.* (2017) consideram que em aços baixo carbono a orientação {554}<225> é desenvolvida na fibra γ no início do ciclo de recozimento e subsequentemente cresce com a diminuição das orientações {111}<10>.



Figura 76. Função de distribuição de orientações cristalográficas nos aços A (a) e B (b). Seção Φ₂ =45°.

4.2.2 Análise da mesotextura dos aços A e B

A Figura 77 mostra o mapa de grãos realçado com cores segundo o tamanho de grão. Foi verificado que, embora os tamanhos médios de grãos metalográficos dos dois aços tenham sido próximos, o tamanho médio de grão efetivo (EBSD) do aço B foi maior. A fração dos ângulos de desorientação dos dois aços apresentada na Figura 78 ajuda a compreender melhor este resultado. Conforme pode ser observado, a fração de contornos de baixo ângulo no aço A é menor.



Figura 77. Mapa de grãos segundo tamanho de grão apresentado no histograma do tamanho de grão para o aço A (a) e B (b).



Figura 78. Histograma da desorientação entre os grãos.

Na Figura 79 é mostrado o mapa de contorno de grão para os aços A (a) e B (b). Os contornos de baixo ângulo e alto ângulo (>15°) podem ser observados (preto). Nota-se maior densidade de contornos de baixo ângulo no aço B, principalmente com grau de desorientação entre 1° e 5° (verde). Foi determinado que o comprimento de contornos de alto ângulo por metro quadrado nos aços A e B foram 5,5 x 10^5 m/m² e $4,5 \times 10^5$ m/m², respectivamente.

A partir desses resultados, pode-se afirmar que a menor fração de Mn e C associada ao maior teor de Nb resultou em grãos ferríticos mais finos no aço A. A formação de ferrita de morfologias poligonal e quase poligonal pode ser explicada pelo fato de que o nióbio, por ter alta afinidade com o carbono, inibe a nucleação da bainita nos contornos da austenita (Huang *et al.*, 2018). Em conjunto com o Ti, ainda são formados (Ti, Nb)(C, N) durante a temperatura de encharque que dificultam o crescimento da austenita e, consequentemente, a nucleação intragranular da ferrita acicular (Luton e Dorvel, 1980; Kuziak *et al.* (1995); Kwon e DeArdo, 1991; Novillo *et al.*, 2005). Desta forma, a inibição da formação da ferrita acicular não estaria relacionada somente à diminuição do teor de Mn, como foi mencionado anteriormente neste trabalho. Na verdade, também seria decorrência da introdução destes elementos que, por reduzir o tamanho de grão austenítico, estariam favorecendo a

nucleação intragranular e, consequentemente, outros produtos de transformação da austenita, tal como a ferrita poligonal.



Figura 79. Mapa dos contornos de ângulo segundo o grau de desorientação entre os grãos do aço A (a) e B (b).

A Figura 80 mostra a desorientação média Kernel (KAM) obtida via EBSD associada à desorientação menor que 5°. A densidade de discordância pode ser estimada através da análise dos gradientes de desorientação dentro de uma determinada região (Calcagnotto *et al.*, 2009). As cores verdes representam grãos deformados, isto é, com maiores valores de desorientação média de Kernel. Não foi verificada relação entre a orientação cristalográfica encontrada na figura de polo inversa e a energia armazenada neles. Já no aço B observou-se diferenças entre as morfologias da ferrita, sendo encontrada maior quantidade de energia armazenada, densidade de discordâncias e contornos de baixo ângulo na região contendo ferrita acicular. Além das placas lenticulares da ferrita acicular, que tem contorno de alto ângulo, Gouguers *et al.* (2000) também relataram a presença de contornos de baixo ângulo no interior da ferrita acicular.



Figura 80. Mapa de desorientação média de Kernel a) Aço A; b) Aço B

Na Figura 81 é apresentada a fração de contornos de baixo ângulo (1º a 15º), alto ângulo (>15º) e sítios de coincidência da rede (CSL). Verificou-se que o aço A apresenta um pouco menos que metade de contornos de baixo ângulo em comparação ao aço B e que as frações de CSL e de contornos de alto ângulo são cerca de 35% maiores.



Figura 81. Fração de contornos de baixo ângulo, CSL e alto ângulo

Na Figura 82 é mostrada a fração dos tipos de contornos de sítios de coincidência da rede. É possível observar que o contorno do tipo Σ 3 ocorreu com maior frequência nos dois aços. O efeito deste tipo de contorno é contraditório. Segundo Zhang *et al.* (2018), tanto contornos de baixo ângulo como baixos valores de sigma são inativos e mais resistentes à fratura intergranular. Embora seja chamado de contornos de macla, não é gerado pela verdadeira maclagem em aços de baixo carbono e é considerado um contorno de alto ângulo e, por isso, associado ao aumento da susceptibilidade ao trincamento induzido pelo hidrogênio (Cullity, 2001; Humpreys e Hatherly, 2004; Zhang *et al.*, 2018). Com exceção do contorno Σ 25a, todos tiveram maior fração no aço A.



Figura 82 – Sítios de coincidência da rede dos aços A e B obtidos por EBSD.

4.3 Propriedades Mecânicas

4.3.1 Dureza e Microdureza

Na Figura 83 são apresentadas a microdureza de regiões da microestrutura contendo diferentes microconstituintes. Pode-se observar que as ferritas poligonal e quase poligonal apresentam microdureza um pouco maior no aço A. A ferrita acicular é o constituinte microestrutural mais duro em decorrência do menor tamanho do grão e também pela maior densidade de discordâncias.



Figura 83. Microdureza de regiões contendo diferentes microconstintuintes

Embora o aço B apresente microconstituinte mais duro, foi verificado que o aço A apresenta maior dureza, conforme pode ser verificado na Figura 84. Tanto o aço A como B apresentam ferrita poligonal e quase poligonal, mas este microconstituinte apresenta menor dureza no aço B, resultado numa menor dureza do mesmo.



Figura 84. Dureza (HV2) dos aços A e B

4.3.2 Comportamento Mecânico em Tração

Curvas tensão *versus* deformação dos corpos de prova aços A e B com eixo de aplicação de carga nas direções L e T são mostradas nas Figuras 85-88.



Figura 85. Curvas tensão versus deformação do aço A na direção L.



Figura 86. Curvas tensão versus deformação do aço A na direção T.



Figura 87. Curvas tensão versus deformação do aço B na direção L.



Figura 88. Curvas tensão versus deformação do aço B na direção T.

Na Tabela 6 são apresentados os módulos de elasticidade dos aços A e B medidos nas direções L e T. As Figuras 89 e 90 mostram, respectivamente, as propriedades mecânicas de resistência e ductilidade obtidas nos dois aços nas direções analisadas. Observa-se que tanto o aço A como B apresentaram na direção T maior limite de escoamento e resistência à tração, porém menor ductilidade. Dentre os dois materiais, o aço A tem maior resistência devido ao maior refino dos grãos ferríticos e também ao ancoramento das discordâncias pelos nanoprecipitados de Nb, uma vez que o teor deste elemento é maior neste material.

Pode-se verificar nas Figuras 86 e 88 que o escoamento descontínuo se destaca apenas na direção T em ambos os aços. Este fenômeno é caracterizado pela formação de bandas de Lüders e pode ter consequência danosas na superfície do material durante a conformação caso o material não seja pré-tensionado. Nos aços, a formação destas bandas é atribuída ao ancoramento das discodâncias por átomos intersticiais que se difundem na ferrita até a aresta das discordâncias formando a chamada atmosfera de Cottrel. Como resultado, é necessário aplicar uma maior tensão para que as discordâncias sejam liberadas e a deformação plástica prossiga por meio da formação de novas discordâncias.

As bandas de Lüders tem origem no local onde a deformação estará concentrada e se propaga ao longo de todo comprimento útil do corpo de prova (Krauss, 2015). Kim (2007) associou este comportamento à uma microestrutura

constituída de ferrita poligonal com baixa densidade de discordância. Fairchild *et al.* (2000) e Johnson (2015) também relataram que sua formação se dá como resultado da formação de novas discordâncias imediatamente após o escoamento.

De acordo com Johnson (2015) e Tsuchida (2006), a magnitude da deformação de Lüders diminui com o incremento do tamanho de grão, isto explicaria porque nos aços A e B o escoamento descontínuo se apresenta na direção T.

A maioria dos mecanismos de endurecimento aumenta a resistência mecânica a prejuízo da ductilidade. No entanto, embora a ductilidade (%AL) tenha sido maior no aço A, foi verificado que a ductilidade (%RA) foi maior no aço B. Alguns autores (Sasidhar *et al.*, 2017) atribuíram o aumento da resistência mecânica na direção T à existência da fibra α (<110>||RD). Por haver muitos planos {110}||TD, que são planos de deslizamento relevantes da ferrita (Watanabe, 2006), a deformação plástica tornase relativamente difícil, causando o aumento da tensão de escoamento.

	Aço A		Aço B	
Direção	L	Т	L	Т
Módulo de Elasticidade (GPa)	226	224	218	213





Figura 89. Limite de escoamento e resistência à tração dos aços A e B nas direções L e T.



Figura 90. Ductilidade dos aços A e B nas direções L e T.

Na Figura 91 é mostrado o gráfico log (ε_v) *versus* log (σ_v) para os dois aços e o melhor ajuste linear para Equação de Hollomon (lei de potência). Verificou-se no aço B que o expoente de encruamento *n* é superior na direção L. No entanto, no aço A houve pouca variação dos expoentes de encruamento nas duas direções.

O expoente de encruamento *n* tende a ser reduzido com o aumento da restrição ao movimento das discordâncias. No aço A, o maior teor de nióbio induziu a formação de nanoprecipitados de Nb e Ti e a um maior refinamento do tamanho do grão ferrítico, além da formação de grãos ferríticos equiaxiais. Em decorrência dessas características microestruturais, a limitação do movimento das discordâncias foi mais acentuada nas duas orientações deste aço. Silva *et al.* (2018) mencionaram efeitos similares da microestrutura sobre o expoente de encruamento *n.*

Além dos planos {101}, {112} são considerados os principais planos de deslizamento da ferrita. A existência de diferentes planos de deslizamento proeminentes pode ter sido responsável pela maior diferença entre os expoentes de encruamento nas duas direções do aço B, pois a porcentagem de átomos de carbono nos planos {101} é cerca de 1,73 vezes maior em relação aos planos {112}. Conforme mostrado nas figuras de polo inversa das Figuras 70 e 71, na direção paralela à TD os grãos possuem principalmente orientação cristalográfica <112>, indicando que a existência de muitos planos {112} paralelos à RD. Consequentemente, à medida que ocorre a deformação plástica, os planos de deslizamento primário {101}, que estão em maior fração na direção TD, sofrem rapidamente encruamento devido à interação

das discordâncias com os átomos de carbono. Desta forma, {112} tornam-se os principais planos de deslizamento que, em comparação com os planos {101}, possuem maior energia de falha de empilhamento (Watanabe, 2006).

Poderia-se supor devido ao gráfico da Figura 72 que o mesmo efeito poderia acontecer no aço A, mas como o volume da direções foi determinado considerando 15º de tolerância e neste material existe maior teor de elementos de liga com afinidade pelo carbono, a porcentagem deste elemento em solução sólida intersticial é inferior, de modo que as características supracitadas propiciaram expoentes de encruamentos baixos e aproximadamente iguais nas direções L e T.



Figura 91. log σ_v x log ε_v dos aços A e B nas direções L e T.

Expoentes de encruamento entre 0,10-0,20 foram encontrados por Gosh *et al.* (2014) num aço ARBL de baixo carbono (0,08%p.) contendo 0,05% Nb e com diferentes temperaturas finais de laminação. Em concordância com os resultados encontrados no presente trabalho, os autores relataram que o aumento da resistência mecânica é acompanhado pela diminuição da ductilidade (%AL) e do expoente de encruamento. Para um aço API-X80 (0,05%p. de C) na condição como recebida, Silva *et al.* (2018) encontrou um expoente de encruamento igual a 0,08.

4.3.3 Tenacidade ao Impacto

Na Figura 92 são mostradas macrografias da superfície de fratura dos corpos de prova do aço A ensaiados por impacto Charpy nas temperaturas de --40°C, -80°C e -90°C. Foi observado aspecto 100% dúctil das fraturas nestas temperaturas, mostrando que a temperatura de transição dúctil-frágil do aço A encontra-se ainda abaixo de -90°C. Foi constatado também que, em todas as temperaturas em que os ensaios foram realizados, a absorção de energia foi de 443 J.









c) -90°C

Figura 92. Fractografia (x15) do corpo de prova de Charpy ensaiado a: a) -40°C; b) -80°C; c) -90°C.

Nas fractografias da Figura 93, obtidas com aumento de 500x, foi observado que a fratura se deu predominantemente pela formação de microvazios. Temperaturas mais baixas (-80°C e -40°C) parecem ter resultado em microvazios menos profundos.

No entanto, em ambas superfícies, foi evidenciada a nucleação de microvazios em inclusões globulares e também que o padrão e a distribuição do tamanho destas cavidades estão relacionados com o tamanho das partículas.



a) -40°C

b) -80°C



c) -90°C

Figura 93. Fractografias (x500) dos corpos de prova de Charpy do Aço A.

As Figuras 94 e 95 mostram fractografias juntamente com microanálise de inclusões características encontradas nas superfícies de fratura do aço A. Os espectros EDS indicam que as inclusões nas quais houve a nucleação dos microvazios são complexas, provavelmente do tipo MnO-Al₂O₃-CaS. Pode-se notar que todas apresentam morfologia globular. Esta morfologia se deve à presença de cálcio, que modifica a morfologia das partículas tornando-as mais globulares a fim de reduzir o efeito deletério sobre a ductilidade e a tenacidade do aço (Turkdogan, 1996). Nos aços ARBL utilizados na indústria petrolífera, o cálcio adicionado tem como

objetivo principal a redução da susceptibilidade às trincas induzidas pelo hidrogênio (Cicutti *et al.*, 1997).



a)

b)

Figura 94. Fractografia do aço A ensaiado a -80°C e microanálise EDS pontual.





b)

Figura 95. Fractografia do aço A ensaiado a -90°C e microanálise EDS pontual

Na Figura 96 é apresentado o comportamento em impacto do aço B nas temperaturas do ensaio segundo a energia absorvida e a porcentagem de deformação dúctil da fratura. Observou-se que, diferente do aço A, houve aumento da fragilidade com a diminuição da temperatura. Este comportamento está principalmente associado ao menor refino de grão e à maior fração volumétrica e espessura dos carbetos nos contornos de grãos, conforme foi relatado por outros autores (Bingley, 2001; Mintz *et al.*, 1979). Enquanto a temperatura de transição dúctil-frágil do aço A encontra-se abaixo de -90°C, verificou-se que no aço B a temperatura de transição (FATT –

fracture apperance transition temperature ou DTT – ductility transition temperature - 50% de fratura dúctil) e TRE (energy transition temperature) são iguais a -53,33°C e - 47,82°C, respectivamente.

Este resultado mostra que, embora o aço B apresente cerca de 1,0%p. de Mn a mais em relação ao aço A sua presença não reduziu tanto a temperatura de transição dúctil-frágil como no aço A. Uma vez que o maior teor de manganês resultou em partículas de MnS contendo Nb acumulado, a redução do tamanho de grão efetivo da ferrita foi menor. Além disso, deve-se considerar que houve mais carbono dissolvido suficiente para formar mais cementita.



Figura 96. TRS: -53,33°C (50% dúctil – 50% frágil) – Temperatura de transição do aço B determinada de acordo com aparência de fratura. TRE: -47,82°C

Na Figura 97 são apresentadas as fractografias dos corpos de provas do aço B ensaiados a diferentes temperaturas. Notou-se que, à medida que a temperatura foi diminuída, houve decréscimo da área de deformação dúctil. A -80°C notou-se delaminação na região central da fratura. A delaminação é associada à grãos com planos cristalográficos {001} paralelos ao plano de laminação, ao bandeamento durante à laminação, e também geralmente à anisotropia da tenacidade ao impacto (Joo *et al.*, 2014; Yang *et al.*, 2014). No entanto, a -90°C a fratura torna-se plana, característica de deformação 100% frágil.



Figura 97. Fractografia (15x) do corpo de prova de Charpy do aço B.

Na Figura 98 são mostradas fractografias com aumento de 500x para diferentes temperaturas. Até -40°C foram encontradas áreas com formação de microvazios, cuja nucleação se deu principalmente em inclusões, conforme apontado pelas setas brancas. A -60°C já observou-se que a fratura se deu por clivagem com facetas grandes, indicando que não houve deflexão da trinca. Foi verificado que a -80°C a fratura ainda possui aspecto dúctil na região adjacente ao entalhe. Isso ocorre, pois o desenvolvimento de um estado triaxial de tensão devido à presença do entalhe no corpo de prova pode ser associado à concentração de tensão causando, neste caso, deformação plástica (Dieter, 1981).

A -90°C, por tratar-se de uma fratura com aspecto macroscópico 100% frágil, verificou-se facetas de clivagem até mesmo próximo ao entalhe. É interessante analisar que, embora o aço A apresente uma fração de planos {001} um pouco maior, a menor fração de cementita associada ao menor tamanho de grão efetivo e maior

fração de contornos de alto ângulo foram essencias para garantir que não houvesse fratura frágil às temperaturas do ensaio.





As Figuras 99-101 apresentam fractografias e espectros EDS de análises pontuais realizadas nas inclusões encontradas na região interior dos microvazios da

fratura do aço B. Segundo os espectros, todas as inclusões possuem cálcio. A -20°C encontrou-se uma inclusão de óxidos de alumínio, magnésio e cálcio. Nas outras temperaturas verificou-se que as inclusões tratam-se de sulfetos de cálcio. A -40°C algumas destas inclusões foram quebradas, provavelmente devido à alta taxa de carregamento do ensaio e também à maior fragilidade das mesmas. Mesmo a -90°C verificou-se que a inclusão encontra-se circundada por facetas de clivagem.



Figura 99. Fractografia do aço B ensaiado a -20°C e microanálise EDS pontual



Figura 100. Fractografia do aço B ensaiado a -40°C e microanálise EDS pontual



Figura 101. Fractografia do aço B ensaiado a -90°C e microanálise EDS pontual

4.3.4 Análise da propagação de trinca em fadiga

Na Figura 102 são apresentadas as curvas tamanho de trinca (a) *versus* número de ciclos para falha (N) dos aços A e B nas orientações T-L e L-T para razão de carga R = 0,1. Pode ser observado primeiramente que o aço A resistiu aproximadamente ao dobro de ciclos se comparado ao aço B. Verificou-se a existência de uma direcionalidade da vida em fadiga, pois o início da propagação da trinca de fadiga se deu a um menor número de ciclos na orientação T-L nos dois aços.

Houve um ganho de vida de aproximadamente 5,3 x 10⁵ e 3,1 x 10⁴ ciclos na direção L-T em relação à orientação T-L para os aços A e B, respectivamente. A fratura final foi observada para tamanhos de trincas próximos nas duas orientações. Segundo relatos apontados em estudos anteriores (Huang *et al.* 2008; Benachour *et al.*, 2013; Mansor *et al.* 2016), o retardo do crescimento da trinca é ocasionado pela formação de uma zona plástica que induz a formação de tensões compressivas na ponta da trinca. Logo, considera-se que a zona de deformação plástica formada no aço A foi maior devido ao maior retardo do crescimento da trinca observado.



Figura 102. Tamanho da trinca (a) versus Número de ciclos.

A Figura 103 apresenta as curvas da taxa de propagação de trinca da/dN em função do ΔK para os aços A e B nas direções T-L e L-T. É possível observar que o início da propagação da trinca se deu a ΔK próximos.



Figura 103. Taxa de propagação de trinca *versus* variação do fator intensidade de tensão para os aços A e B nas orientações T-L e L-T.

Ao comparar o comportamento dos aços nas duas orientações verificou-se que o aumento da resistência à tração é acompanhado por um maior ΔK necessário para propagação da trinca. No entanto, foi relatado que num aço de alta resistência é esperado que o aumento da resistência mecânica limite a formação de uma zona plástica na ponta da trinca, facilitando o início da propagação da trinca, sendo necessário uma menor força motriz (ΔK). Este comportamento foi relatado em outros trabalhos (Suzuki e McEvily, 1978; Godefroid *et al.*, 2017).

A Figura 104 mostra o gráfico log da/dN *versus* log ΔK utilizado para uma análise da taxa de crescimento da trinca nos dois aços nas duas orientações e para a determinação da lei de potência. Pode ser observado que o expoente de Paris *m* foi maior na orientação L-T. Isso indica que a taxa de propagação da trinca aumenta muito rápido com o incremento de ΔK . Logo, a partir de sua análise verificou-se que a taxa de propagação da trinca foi maior na orientação L-T. Han *et al.* 2003 mostraram que a resistência à fadiga de aços ferríticos-perlíticos aumenta com a elevação da tensão de escoamento.

Em diferentes trabalhos (Subramanya Sharma *et al.*, 2000; Sankaran *et al.*, 2003) foi relatado que taxa de crescimento da trinca não é influenciada pela microestrutura em decorrência do tamanho da zona plástica cíclica ser maior do que um constituinte microestrutural. No entanto, Kamp *et al.* (2007) relatou que fatores microestruturais como a "resistência" do contorno de grão (relacionada à desorientação do grão), a intensidade e o tipo de textura e a propensão para formação de bandas de deslizamentam afetam a propagação da trinca.

A existência de um maior comprimento de contornos de alto ângulo por metro quadrado no aço A pode ser relacionada à menor taxa de propagação da trinca encontrada neste aço. Para os dois aços observou-se que a orientação de maior resistência mecânica é também a que apresenta maior taxa de propagação de trinca.



Figura 104. Log da/dN *versus* log ΔK a) Aço A; b) Aço B. Equações de Paris determinadas para cada orientação.

Em ambos os aços, a taxa de propagação de trinca foi maior na orientação T-L. Para entender melhor o comportamento em fadiga, foi traçado o gráfico da Figura 105 que mostra a variação do grau de fechamento da trinca ($\Delta K_{eff}/\Delta K$) em relação ao tamanho de trinca normalizado (a/W).

A interação da superfície das trincas leva à diminuição da variação do fator intensidade de tensão próximo à ponta da trinca aumentando a vida em fadiga (Shi *et al.*, 2016).

No aço A, observou-se um comportamento similar do grau de fechamento da trinca. No aço B pôde-se observar que a diminuição do grau de fechamento se deu até que a trinca atingiu tamanhos normalizados aproximadamente iguais a 0,31 e 0,45 nas orientações L-T e T-L, respectivamente. O menor tamanho de grão efetivo e a maior fração de contornos de alto ângulo do aço A favorece o fechamento da trinca de fadiga induzido pela rugosidade, uma vez que a trinca é defletida no contorno de grão. No aço B, verificou-se uma maior diferença entre o grau de fechamento induzido pela trinca nas duas orientações. Como no corpo de prova T-L há mais planos cristalográficos {112} no plano de fratura, a deformação plástica na trinca é maior. Uma vez que existe mais planos cristalográficos {101} e mais carbono dissolvido no aço B, as discordâncias se empilham aumentando a concentração de tensão, o que acaba reduzindo a força motriz necessária para propagar a trinca.

Estudos prévios (Minakawa *et al.* 1982; Laurito *et al.*, 2010; Korda *et al.*, 2015) mostraram que a presença de constituintes duros, como a perlita, influencia a taxa de propagação de trinca nos aços devido à deflexão da trinca e à restrição da deformação plástica da ferrita, o que poderia prejudicar o fechamento da trinca induzido pela plasticidade. Embora o aço B apresente maior fração volumétrica de perlita, provavelmente não contribuiu significativamente para a restrição da deformação plástica da ferrita. Portanto, é inferido que uma maior área de contorno de grão no aço A pode ser mais eficiente na restrição do crescimento da trinca. Esse comportamento foi exposto por trabalhos prévios (Gray *et al.* 1983; Sankaran *el al.*, 2003) que afirmam que a rugosidade tem maior efeito sobre o fechamento da trinca.



Figura 105. Grau de fechamento da trinca (U) versus tamanho da trinca normalizado.

CAPÍTULO 5: CONCLUSÕES

1. Neste trabalho foi analisada a microestrutura de dois aços contendo diferentes teores de Mn e Nb. Foi verificado que o aço A, que apresenta 0,096%p. de Nb e 0,26%p. de Mn, possui uma microestrutura constituída predominantemente de grãos e subgrãos ferríticos poligonais com alguns grãos alongados e baixa densidade de discordância, além de partículas de segunda fase. No aço B observou-se que a presença de 1,07%p. de Mn e 0,03% de Nb favoreceu a formação de ferrita acicular, além de ferrita poligonal.

2. Enquanto no aço A o enxofre foi encontrado principalmente ligado ao cálcio, no aço B este elemento combinou-se também ao manganês formando sulfeto de manganês. Foi verificado as inclusões de sulfeto de manganês atuaram como sítio para nucleação de precipitados ricos em Nb, reduzindo a quantidade de nióbio dissolvido e disponível para formação de precipitados responsáveis pelo refino do tamanho de grão. Em contrapartida, no aço A verificou-se que o nióbio se associou ao titânio, formando nanoprecipitados incoerentes que foram responsáveis pelo maior refino do tamanho de grão ferrítico.

3. Por meio da análise por difração de elétrons retroespalhados no MEV verificou-se nos dois aços que as direções cristalográficas dos grãos paralelos aos eixos RD, TD e ND são predoninantemente <112>, mas que o volume de grãos <112> é maior nos eixos RD e TD no aço B em relação ao aço A. Contudo, o aço A apresenta mais grãos com direções <101> paralelos a todos os eixos da amostra em relação ao aço B. Em decorrência da placa estar submetida ao estado plano de deformação, foi verificada a fibra alpha paralela ao eixo RD com forte intensidade do componente {111}<110> nos dois aços e que pode estar relacionada tanto a fenômeno de recuperação dinâmica como de recristalização dinâmica.

4. Mediante EBSD também foi verificado que o tamanho de grão efetivo do aço B é maior em relação ao aço A, diferenciando-se mais em relação ao tamanho de grão metalográfico em decorrência da formação de mais contornos com baixo contorno de ângulo. O aço A apresenta frações de sítio de coincidência da rede e contorno de alto ângulo aproximadamente 35% maiores em relação ao aço B. Em ambos aços, o sítio de coincidência da rede em maior fração foi Σ3.

5. Foi verificado que a dureza e a resistência mecânica são maiores no aço A em decorrência do menor tamanho de grão ferrítico. Nos dois aços a magnitude da resistência mecânica e da tensão de escoamento foi maior na direção TD devido à formação mais grãos com planos de deslizamento primário {110}||TD. Enquanto no aço A os expoentes de encruamento foram aproximadamente iguais nas duas direções, no aço B, o expoente de encruamento foi maior na direção RD em consequência da menor fração de {110}||TD e ao maior teor de carbono deste aço.

6. Embora o manganês seja associado à diminuição da temperatura de transição dúctil frágil, foi verificado que a alteração do comportamento dúctil para frágil no aço B ocorre a uma temperatura mais alta. Esta diferença foi associada à maior fração volumétrica de cementita e à formação de sulfeto de manganês, que atua como sítio de nucleação de precipitados ricos em nióbio e, consequentemente, reduz a formação de precipitados que agem efetivamente no refino do tamanho de grão ferrítico. Em ambos os aços verificou-se que as fraturas dúcteis são constituídas de microvazios cuja nucleação se deu principalmente em inclusões não metálicas globulares contendo cálcio.

7. Por meio da equação de Paris verificou-se que, para as condições do ensaio de propagação de trinca em fadiga, a resistência à propagação da trinca é maior para o aço A. Observou-se que o grau de fechamento de trinca está relacionado com a taxa de propagação de trinca e que o mesmo é efetado pela microtextura e mesotextura dos aços.

CAPÍTULO 6: SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

1. Avaliar a soldabilidade destes aços e realizar ensaios de propagação da trinca em fadiga nas regiões da solda e da zona termicamente afetada;

2. Realizar análise EBSD nas regiões de propagação da trinca;

3. Analisar a resistência à fragilização pelo hidrogênio destes aços e comparála com o comportamento de aços utilizados comercialmente;

4. Determinar a estequiometria dos precipitados de titânio e nióbio formados

5. Deformar plasticamente os aços e novamente caracterizar sua estrutura.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Askeland, D. R.; Fulay, P. P.; Wright, W. J. (2010) *The Science and Engineering of Materials.* 6^a ed. Cengage Learning. USA. 922 p.

ASM Handbook (1987) Fractography. Vol. 12. EUA

ASM Handbook (1990) *Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys.* Vol. 1. EUA.

ASM Handbook (1993) Alloy Phase Diagrams. Vol. 3. EUA.

Avilés, J. M. Q, Hincapie-Ladino, D., Falleiros, N. A., Melo, H. G. (2019) A Comparative Investigation of the Corrosion Resistance and HIC Suceptibility of API 5L X65 and API 5L X80 Steels. Materials Research. 22(1):1-13.

Bakkaloglu, A. (2001) Effect of processing parameters on microstructure and properties of an Nb microalloyed. Materials Letters. 56:200-209.

Baptista, R., T. Santos, J. Marques, *et al.* (2018) Fatigue behavior and microstructural characterization of a high strength steel for welded railway rails. Int. J. Fatigue. 117: 1–8.

Bhattacharjee, D.; Knott, J. F.; Davis, C. L. (2004) Charpy-Impact-Toughness Prediction using an "Effective" Grain Size for Thermomechanically Controlled Rolled Microalloyed Steels. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science. 35 A(1):121–130.

Beidokhti, B.; Dolati, A.; Koukabi, A. H. (2009) Effects of alloying elements and microstructure on the susceptibility of the welded HSLA steel to hydrogen-induced cracking and sulfide stress cracking. Materials Science and Engineering: A. 507: 167–173.

Benachour, M., Benachour, N., Benguediab, M. (2013) Effect of Single Overload Ratio and Stress Ratio on Fatigue Crack Growth. World Acad. Sci. Eng. Technol. 7(2): 2542– 2546.

Bhadeshia, H. K. D. H. (2001) Bainite in Steels. 2ª ed. Institute of Materials. 460 p.

Bott, I. D. E. S., Souza, L. F. G. D. E., Teixeira, J. C. G., Rios, P. R. (2005). High-Strength Steel Development for Pipelines: A Brazilian Perspective. Metallurgical and Materials Transaction A, 36: 2005–443.

Bingley, M.S. (2001) Effect of grain size and carbide thickness on impact transition temperature of low carbon structural steels. Mater. Sci. Technol. 17: 700–714.

Calcagnotto, M., Ponge, D., Adachi ,Y., *et al.* (2009) Effect of Grain Refinement on Strength and Ductility in Dual-Phase Steels. Proc. 2nd Int. Symp. Steel Sci. (ISSS 2009). 1–4.

Callister Jr., W.D. (2008) *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. 7^ª ed. Rio de Janeiro. LTC Editora. 705 p.

Campbell, F. C. (2012) *Fatigue and Fracture: Understanding the Basics. ASM International*. Materials Park, Ohio. 685 p.

Castro, J. T. P.; Meggiolaro, M. A. (2009) *Fadiga – Técnicas e Práticas de Dimensionamento Estrutural sob Cargas Reais de Serviço*. Volume I – Iniciação de Trincas. 466 p.

Chai, F., Su, H., Yang, C.-F., & Xue, D.-M. (2014). Nucleation behavior analysis of intragranular acicular ferrite in a Ti-killed C-Mn steel. Journal of Iron and Steel Research International, 21(3), 369–374.

Chakrabarti, D., Davis, C. L., Strangwood, M. (2005). Characterisation of Bimodal Grain Structures and Their Dependence on Inhomogeneous Precipitate Distribution during Casting, 501: 613–621.

Chakrabarti, D., Davis, C., Strangwood, M. (2008). Development of Bimodal Grain Structures in Nb-Containing High-Strength Low-Alloy Steels during Slab Reheating. Metallurgical and Materials Transactions A, 39: 1963–1977.

Chapetti, M.D., Miyata, H., Tagawa, T., *et al.* (2005) Fatigue crack propagation behaviour in ultra-fine grained low carbon steel. Int. J. Fatigue. 27: 235–243.

Chen, J.; Cao, Rui (2015) *Micromechanism of Cleavage Fracture of Metals: a comprehensive microphysival model for cleavage cracking in Metals*. Elsevier. 486 p.

Cicutti, C. E.; Madías, J.; González, J. C. (1997) Control of Microinclusions in Calcium Treated Aluminium Killed Steels. Iron and Steelmaking. 24:155-159. Craven, A.J., Baker, T.N. (2000) Complex Heterogeneous Precipitation In Titanium– Niobium Microalloyed Al-Killed HSLA Steels -I. (Ti,Nb)(C,N) Particles. 48: 3857–3868.

Cullity, B.D. (2001) *Elements of X-ray Diffraction*, 3^a ed. Pearson Education Limited. Edinburgh Gate. 696 p.

Davis, J. R. (2001) *Alloying: Understanding the Basics*. Materials Park, OH. ASM International.

Davis, C. L., King, J. E. (1993). Cleavage Initiation in the Intercritically Reheated Coarse-Grained Heat-Affected Zone: Part I . Fractographic Evidence. Metallurgical and Materials Transactions A, 25A: 563–573.

Davis, C. L., Strangwood, M. (2002). Preliminary study of the inhomogeneous precipitate distributions in Nb-microalloyed plate steels. Journal of Materials Science, 37: 1083–1090.

Dekkers, Rob (2002) Non-Metallic Inclusion In Liquid Steel. Tese de Doutorado. Universidade Católica de Lovaina, Lovaina, Bélgica.

Dieter, G.E. (1981) *Metalurgia Mecânica*. 2ª ed. Guanabara Dois. Rio de Janeiro. 653 p.

Doñu Ruiz, M. A.; Herrara, J. A. O.; Perrusquia, N. L.; Suárez, V. J. C.; Cruz, L. D. R. (2012) Effect of Aging Treatment in Micro-Alloyed Steel. *IMRS Proceedings*. 1481: 55-61.

Dowling, N. E. (2013) *Mechanical Behavior of Materials. Engineering Methods for Deformation, Fracture and Fatigue*. Pearson. Harlow, England. 954 p.

Drexler E.S., A.J. Slifka, R.L. Amaro, *et al.* (2014) Fatigue crack growth rates of API X70 pipeline steel in a pressurized hydrogen gas environment. Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 37: 517–525.

Elber, W. (1970). Fatigue Crack Closure Cyclic Tension. Engineering Fracture Mechanics. 2: 37–45.

Elwazri, A. M., Varano, R., Siciliano, F., Bai, D., Yue, S. (2005). Effect of Cool Deformation on Mechanical Properties of a High-Strength Pipeline Steel. Metallurgical and Materials Transaction A, 36: 2929–2936.

Engler, O.; Randler, V. (2010) Introduduction to texture analysis – Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping. CRC Press. 456 p.

Evans, G. M.; Bailey, N. (1994) *Metallurgy of Basic Weld Metal*. Nova lorque. Woodhead Publishing ILimited. 448 p.

Fairchild, D.P., Howden, D.G., Clark, W.A.T. (2000) The Mechanism of Brittle Fracture in a Microalloyed Steel: Part II. Mechanistic Modeling. Metall. Mater. Trans. A. 31A: 653–667.

Farrar, R.A.; Harrison, P.L. (1987) Acicular ferrite in carbon-manganese weld metals: An overview. J. Mater. Sci. 22: 3812–3820.

Gao, X., Zhang, G., Srivatsan, T. S. (2005). Prediction Of Cleavage Fracture In Ferritic Steels: A Modified Weibull Stress Model. Materials Science Enginnering, 394:210–219.

Gazder, A.A., M. Sánchez-Araiza, J.J. Jonas, *et al.* (2011) Evolution of recrystallization texture in a 0.78 wt.% Cr extra-low-carbon steel after warm and cold rolling. Acta Mater. 59: 4847–4865.

Girina, O. A.; Fonshtein, N. M.; Storozheva, L. M. (1994). Structural steels - Effect of Microalloying Elements on The Structure and Properties of Low-Carbon and Ultralow-cabon Cold-Rolled Steels. Metal Science and Heat Treatment.36: 21–28.

Gladman, T. (1997) *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels*. Maney For the Institute of Materials. 363 p.

Godefroid, L.B., Cândido, L.C., Toffolo, R.V.B., *et al.* (2014) Microstructure and mechanical properties of two API steels for iron ore pipelines. Mater. Res. 17: 114–120.

Godefroid, L.B., Mendes, B.M., Trindade Filho, V.B. (2017) Evaluation of Microstructure and Mechanical Properties of Seamless Steel Pipes API 5L Type Obtained by Different Processes of Heat Treatments. Mater. Res. 20: 514–522.

Godefroid L.B., L.P. Moreira, T.C.G. Vilela, et al. (2019) Effect of chemical composition and microstructure on the fatigue crack growth resistance of pearlitic steels for railroad application. Int. J. Fatigue. 120: 241–253.
Gourgues, A.-F., Flower, H.M. & Lindley, T.C. (2000) Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures. Mater. Sci. Technol. 16: 26–40.

Gray, G.T., Williams, J.C., Thompson, A.W. (1983) Roughness-Induced Crack Closure: An Explanation for Microstructurally Sensitive Fatigue Crack Growth. Metall. Trans. A. 14: 421–433.

Gray J.M. (2012) Low Manganese Sour Service Linepipe Steel. Proc. Microalloyed Steels Sour Serv. Int. Semin. São Paulo, Brazil. 20–22.

Gupta, C. K.; Suri, A. K. (1993) Extractive Metallurgy of Niobium. CRC Press. 272 p.

Gutiérrez, I. (2013). Effect of microstructure on the impact toughness of Nbmicroalloyed steel: Generalisation of existing relations from ferrite – pearlite to high strength microstructures. Materials Science Engineering A, 571: 57–67.

Haldar, A., Suwas, S., Debashish, B. *et al* (2008) *Microstructure and Texture in Steels and Other Materials*, Jamshdpur, India, Springer. 488 p.

Han, Z., Luo, H., Zhang, Y., *et al.* (2013) Effects of micro-structure on fatigue crack propagation and acoustic emission behaviors in a micro-alloyed steel. Mater. Sci. Eng. A. 559: 534–542.

Higo, Y., Pickard, A.C., Knott, J.F. (2014) Effects of grain size and stacking fault energy on fatigue-crack-propagation thresholds in Cu-Al aluminium alloys. Met. Sci. 15: 233–240..

Holappa, L., Hämäläinen, M., Liukkonen, M., Lind, M. (2003). Thermodynamic examination of inclusion modification and precipitation from calcium treatment to solidified steel. Ironmaking and Steelmaking, 30:111–115.

Hong, S. C., Lim, S. H., Hyun, S. H., Kyung, J. L., Shing, D. H., Lee, K. S. (2003). Effects of Nb on strain induced ferrite transformation in C-Mn steel. Materials Science and Engineering, A355:241–248.

Hull, D. (1999) *Fractography: Observing, Measuring and Interpreting Fracture Surface Topography.* Cambridge University Press. 366 p.

Huang X., M. Torgeir & W. Cui. (2008) An engineering model of fatigue crack growth under variable amplitude loading. Int. J. Fatigue. 30: 2–10.

Huang Y., G.G. Cheng, S.J. Li, *et al.* (2018) Effect of Ti(C, N) particle on the impact toughness of B-microalloyed steel. Metals (Basel). 8: 1–15.

Humpreys, F.J., Hatherly, M. (2004) *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2^a ed., Elsevier, Amsterdam. 658 p.

Hwang, B., Kim, Y. M. I. N., Lee, S., Kim, N. J. (2005a). Correlation of Microstructure and Fracture Properties of API X70 Pipeline Steels. Metallurgical and Materials Transaction A, 36:725–739.

Hwang, B., Kim, Y. G., Lee, S., Kim, Y. M., Kim, N. J., Yoo, J. Y. (2005b). Effective grain size and charpy impact properties of high-toughness X70 pipeline steels. Metallurgical and Materials Transactions A, 36:2107–2114.

Irvine, J., Baker, T. N. (1984). The Influence of Rolling Variables on the Strengthening Mechanisms Operating in Niobium Steels. Materials Science and Engineering. 64: 123–134.

Itman, A., Cardoso, K. R. (1997). Quantitative study of carbonitride precipitation in niobium and titanium microalloyed hot strip steel. Materials Science and Technology. 13:49–55.

Janssen, M.; Zuidema, J.; Wanhill, R. (2002) *Fracture Mechanics*. 2º ed. VSSD. Países Baixos. 365 p.

Johnson, D.H., Edwards, M.R., Chard-Tuckey, P. (2015) Microstructural effects on the magnitude of Lüders strains in a low alloy steel. Mater. Sci. Eng. A. 625: 36–45.

Joo, M.S., Suh, D., Bae, J. *et al.* (2014) Toughness anisotropy in X70 and X80 linepipe steels. Inst. Mater. Miner. Min. 30: 439–446.

Joodaki, R., Alavi Zaree, S.R., Gheisari K., *et al.* (2017) Effect of Annealing Treatments on the Microstructure and Texture Development in API 5L X60 Microalloyed Pipeline Steel. J. Mater. Eng. Perform. 26: 2003–2013.

Kamp, N., Gao, N., Starink, M.J., *et al.* (2007) Influence of grain structure and slip planarity on fatigue crack growth in low alloying artificially aged 2xxx aluminium alloys. Int. J. Fatigue. 29: 869–878.

Kim, M.-C., Oh, Y.J., Hong, J.H. (2000) Characterization of boundaries and determination of effective grain size in Mn-Mo-Ni low alloy steel from the view of misorientation. Scripta Mater. 43:205-211.

Kim, Y.M., Shin, S.Y., Lee, H., *et al.* (2007) Effects of Molybdenum and Vanadium Addition on Tensile and Charpy Impact Properties of API X70 Linepipe Steels. Metall. Mater. Trans. A. 38: 1731–1742.

Kim, Y., Kim, C., Kim, W., *et al.* (2009) Fatigue Crack Growth Behavior for Welded Joint of X80 Pipeline Steel. 29: 43–47.

Kim, Y.P., Kim, C.M., Kim, W.S., *et al.* (2011) Near-threshold fatigue crack growth behavior and crack closure of natural gas pipeline steels. Procedia Eng. 10: 813–820.

Korda, Akhmad A.; Miyashita, Y.; Mutoh, Y. (2015) The role of cyclic plastic zone size on fatigue crack growth behavior in high strength steels. In: AIP Conference Proceedings. AIP Publishing, 2015.

Krauss, G. (2005) *Steel: Processing, Structure and* Performance. 2^a edição. ASM Internatiol. 613 p.

Kundu, A., Davis, C. L., Strangwood, M. (2010). Grain Structure Development during Reheating and Deformation of Niobium-Microalloyed Steels Grain Structure Development during Reheating and Deformation of Niobium-Microalloyed Steels. Materials and Manufacturing Processes, 25:37–41.

Kundu, A., Davis, C., Strangwood, M. (2011). Grain Size Distributions after Single Hit Deformation of a Segregated, Commercial Nb-Containing Steel: Prediction and Experiment. Metallurgical and Materials Transactions A, 42A: 2794–2806.

Kushida, S. T., Okaguchi, M., Hamada, A., Yamamoto, K., Ohnishi, J., Fujino, C. (1997). Study of X80 Grade High Strength Line Pile for Sour Service. Corrosion 97. p. 1–12.

Kuziak, R.; Bold, T.; Cheng, Y. (1995) Processing Technology Materials Microstructure Control of Ferrite-Pearlite High Strength Low Alloy Steels Utilizing Microalloying Additions. Journal of Materials Processing Technology. Elsevier. 53: 255–262. Kyung, H., Su, S., Yong, S., Lee, S., Kim, N. J., Hwan, S. (2012). Effects of finish rolling temperature on inverse fracture occurring during drop weight tear test of API X80 pipeline steels. Materials Science Engineering A. 541: 181–189.

Kwont, O., Deardo, A. J. (1991). Interactions between recrystallization and precipitation in hot-deformed microalloyed steels. Acta Metallurgica et Materialia. 39: 529–538.

Lambert, A., Gourgues, A. F., Besson, J., Sturel, T., & Pineau, A. (2004). Mechanisms and Modeling of Cleavage Fracture in Simulated Heat-Affected Zone Microstructures of a High-Strength Low Alloy Steel PROCEDURES, 35: 1039–1053.

Lan, L., Qiu, C., Song, H., Zhao, D. (2014). Correlation of martensite – austenite constituent and cleavage crack initiation in welding heat affected zone of low carbon bainitic steel. Materials Letters, 125: 86–88.

Lan, L., Qiu, C., Zhao, D., Gao, X., Du, L. (2011). Microstructural characteristics and toughness of the simulated coarse grained heat affected zone of high strength low carbon bainitic steel. Materials Science Engineering A. 529: 192–200.

Lanjewar, H. A.; Tripathi, P.; Kumar, D. S.; Singhai, M.; Patra, P. K. (2013) Effect of Transformation Temperature and Accelerated Cooling on Development of Strength in Plain Carbon Steel with Ferritic Structure. STEEL-GRIPS Yearbook – Journal of Steel and Related Materials. 1-10.

Laurito, D.F., Baptista, C.A.R.P., Torres, M.A.S., *et al.* (2010) Microstructural effects on fatigue crack growth behavior of a microalloyed steel. Procedia Eng. 2: 1915–1925.

Lee, K. J., Lee, J. K. (1999). Modelling of austenite/ferrite transformation in Niobiumcontaining microalloyed steels. Scripta Materialia. 40: 831–836.

Lee, T. K., Kim, H. J., Kang, B. Y., Hwang, S. K. (2000). Effect of Inclusion Size on the Nucleation of Acicular Ferrite in Welds. ISIJ International. 40: 1260–1268.

Li, X., F. Li, Cui, Y. *et al.* (2016) The effect of manganese content on mechanical properties of high titanium microalloyed steels. Mater. Sci. Eng. A. 677: 340–348.

Luo, Z. (2016) A practical Guide to Transmission Electron Microscopy, Vol. II Advanced Microscopy. India. Momentum Press Engineering. 180 p.

Luton, M. J., Dorvel, R., Petkovic, R. (1980). Interaction Between Deformation Recrystallization and Precipitation in Niobium Steels. Metallurgical Transactions A. 1: 411–420.

Mansor N.I.I., S. Abdullah & A.K. Ariffin. (2016) Discerning the fatigue crack growth behavior of API X65 steels under sequence loading. Lat. Am. J. Solids Struct. 14: 202–216.

Mansor, N.I.I., Abdullah, S.,A.K. Ariffin. (2017) Discrepancies of fatigue crack growth behaviour of API X65 steel. J. Mech. Sci. Technol. 31: 4719–4726.

Martelo, D.F.; Chapetti, M.D. (2015) Analysis of the Importance of the Crack Closure in the Driving Force for the Fatigue Crack Growth in Metastable Austenitic Stainless Steels. Procedia Mater. Sci. 9: 387–395.

Martín-Meizoso, A., Ocana-Arizcorreta, I., Gil-Sevillano, J., & Fuentes-Perez, M. (1994). Modelling cleavage fracture of bainitic steels. Acta Metallurgica et Materialia, 42:2057-2068.

Mazancová, E.; Jonsta, Z.; Wyslych, P.; Mazanec, K. (2004) The Influence of Acicular Ferrite Formation In Low-Carbon Steel On the Improvement of its Mechanical Properties. Metal 2004. International Metallurgical and Materials, Hradec nad Moravicí, Czech Republic.

Mcmahon, C. J., Cohen, M. (1965). Initiation of Cleavage in Polycrystalline Iron. Acta Metallurgica.13: 591–604.

Mendoza, R., Alanis, M., Perez, R., *et al.* (2012) On the processing of Fe-C-Mn-Nb steels to produce plates for pipelines with sour gas resistance. Mater. Sci. Eng. A. 337: 115–120.

Minakawa, K., Matsuo, Y. McEvily, A.J.. (1982) Influence of an Overload on the Fatigue Crack Growth in Steels. Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 6: 1–13.

Mintz, B., Morrison, W.B., Jones, A. (2013) Influence of carbide thickness on impact transition temperature of ferritic steels. Met. Technol. 6: 252–260.

Mohtadi-Bonab M.A., M. Eskandari, H. Ghaednia, *et al.* (2016) Effect of Microstructural Parameters on Fatigue Crack Propagation in an API X65 Pipeline Steel. J. Mater. Eng. Perform. 25: 4933–4940.

Montazersadgh, F.; Fatemi, A. (2009) Optimization of a Forged Steel Crankshaft Subject to Dynamic Loading. SAE International Journal of Materials and Manufacturing. 1(1): 211-217.

Nayak S.S., R.D.K. Misra, J. Hartmann, *et al.* (2008) Microstructure and properties of low manganese and niobium containing HIC pipeline steel. Mater. Sci. Eng. A. 494: 456–463.

Newman, J.C. Jr., and Elber, W. (1988) Mechanics of fatigue crack closure. United States. ASTM. 668 p.

Nicodemi, W. (2010) Acciao e Leghe non Ferrose. Itália. Zanichelli. 339 p.

Novillo, E., Cotrina, E., Iza-Mendia, B., López, B., Gutiérrez, I. (2005). Factors Limiting the Achievable Ferrite Grain Refinement in Hot Worked Microalloyed Steels. Materials Science Forum. 501: 355–362.

Novikov, I. (1981) Teoria dos tratamentos térmicos dos metais. Editora UFRJ, RJ, 1994.

Park, J.-S., Ha, Y.-S, Lee, S.-J., *et al.* (2009) Dissolution and Precipitation Kinetics of Nb(C,N) in Austenite of a Low-Carbon Nb-Microalloyed Steel. Metall. Mater. Trans. A. 40: 560–568.

Pérez, G. A., García-Galán, S., Pérez-Campos, R. et al. (2004) Impacto Tecnológico de aceros grado API 5L X-70 para la fabricación de ductos de 36" de diâmetro resistentes al gas amargo. Ingeniería – Investigación y tecnologia. 1:17-26.

Plateau, J. (1968) About the meaning of the Griffith condition and the practical application of fracture mechanics to metals. International Journal of Fracture Mechanics, 4(1), 35-36.

Porter, D. A.; Easterling, K. E.; Sherif, M. (2009) *Phase transformations in metals and alloys*. 3^a ed. CRC Press Taylor Francis Group. 520 p.

Raghavan, V. (2011) Physical Metallurgy – Principles and Practice. 2^a ed. Nova Deli, India. PHI Learning Private Limited. Boca Raton. USA. 232 p.

Ramachandra, V.; Raghuram, A. C.; Krishnan, R. V.; Bhaumik, S. K. (2005) *Failure Analysis of Engineering Structures: Methodology and Case Histories. ASM International.* Materials Park. Ohio, USA. 207 p. Rancel, L., Gómez, M., Medina, S. F., Gutierrez, I. (2011). Measurement of bainite packet size and its influence on cleavage fracture in a medium carbon bainitic steel. Materials Science & Engineering A. 530: 21–27.

Rios, P. R., Bott, I. D. S., Santos, D. B., Melo, T. M. F. De, Ferreira, J. L. (2007). Effect of Nb on dynamic strain induced austenite to ferrite transformation. Materials Science and Technology. 23: 417–423.

Ro, K. S. (2000). Improvement Of The Sufilde Stress Corrosion Cracking Properties Of Hot Rolled Line-Pipe Steels. Corrosion 2000. 1-12.

Roberts, S. G., Noronha, S. J., Wilkinson, A. J., Hirsch, P. B. (2002). Modelling the initiation of cleavage fracture of ferritic steels. Acta Materialia, 50: 1229–1244.

Rollett, A.; Gregory, S. R.; Humphreys, J. (2017) *Recrystallization and Related Annealing Phenomena.* Elsevier. Combridge. 734 p.

Roy, S., Patra, S., Neogy, S., Laik, A., Choudhary, S. K., Chakrabarti, D. (2012). Prediction of Inhomogeneous Distribution of Microalloy Precipitates in Continuous-Cast High-Strength, Low-Alloy Steel Slab. Metallurgical and Materials Transactions A, 43: 1845–1860.

Sangid, M.D., Maier, H.J., Sehitoglu, H. (2011) The role of grain boundaries on fatigue crack initiation – An energy approach. Int. J. Plast. 27: 801–821.

Sanjari, M., He, Y., Hilinski, E.J., *et al.* (2016) Development of the {113} (uvw) texture during the annealing of a skew cold rolled non-oriented electrical steel. Scr. Mater. 124: 179–183.

Sankaran, S., Subramanya Sarma, V., Padmanabhan, K.A., *et al.* (2003) High cycle fatigue behaviour of a multiphase microalloyed medium carbon steel: A comparison between ferrite-pearlite and tempered martensite microstructures. Mater. Sci. Eng. A. 362: 249–256.

Sasidhar K.N., T. Dhande, N. Javed, *et al.* (2017) Effect of transformation texture on the impact toughness of hot-rolled Ti + Nb microalloyed steel. Mater. Des. 86–97.

Schwartz, A. J.; Kumar, M. Adams, B. L.; Field, D. P. (2010) *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. 2^a ed. Springer. 403 p.

Schino, A. Di, Guarnaschelli, C. (2009). Effect of microstructure on cleavage resistance of high-strength quenched and tempered steels. Materials Letters, 63:1968–1972.

Shi, K. K., Cai, L. X., Qi, S., & Bao, C. (2016). A prediction model for fatigue crack growth using effective cyclic plastic zone and low cycle fatigue properties. Engineering Fracture Mechanics, 158, 209–219.

Silva, R.A., Pinto, A.L., Kuznetsov, A., *et al.* (2018) Precipitation and Grain Size Effects on the Tensile Strain-Hardening Exponents of an API X80 Steel Pipeafter High-Frequency Hot-Induction Bending. Metals (Basel). 8: 2–13.

Sohaciu, M., Predescu, C., Vasile, E. *et al.* (2013) Influence of MnS Inclusions in Steel Parts on Fatigue Resistence. Dig. J. Nanomater. Biostruct. 8:367-376.

Subramanya Sarma, S.; Padmanabhan, K.A., Jaeger, G. *et al.* (2000) On the fatigue crack growth behaviour of two ferrite–pearlite microalloyed steels. Materials Letters, 46:185-188.

Suresh, S. (1998) Fatigue of Materials. 2^a ed. Cambridge University Press. USA. 679 p.

Suresh, S., Zamiski, G. F., & Ritchie, R. O. (1981). Oxide-Induced Crack Closure: An Explanation for Near-Threshold Corrosion Fatigue Crack Growth Behavior. Metallurgical Transactions A, 12: 1435–1443.

Suwas, S.; Ray, R. K. (2014) *Crystallographic Texture of Materials*. Bangalore. Springer. 260 p.

Suzuki H. & A.J. McEvily. (1979) Microstructural Effects on Fatigue Crack Growth in a Low Carbon Steel. Metall. Trans. A. 10: 475–481.

Tani, T., Nagumo, M. (1995). Fracture Process of a Low Carbon Low Alloy Steel Relevant to Charpy Toughness at Ductile-Brittle Fracture Transition Region. Metallurgical and Materials Transactions A, 26: 391–399.

Thillou, V., Hua, M., Garcia, C. I., Perdriz, C., DeArdo, A. J. (1998). Precipitation of NbC and effect of Mn on the strength properties of hot strip HSLA low carbon steel. Materials Science Forum, 286: 311–318.

Tisza, M. (2002) Physical Metallurgy for Engineers. ASM International. 402 p.

Torkamani, H., Raygan, S., Garcia Mateo, C., *et al.* (2018) Contributions of Rare Earth Element (La,Ce) Addition to the Impact Toughness of Low Carbon Cast Niobium Microalloyed Steels. Met. Mater. Int. 24: 773–788.

Totten, G. E. (2007) *Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies*. Boca Raton, FL. CRC Press. 2^a ed. 847 p.

Totten, G. E.; Lian, H. (2004) *Surface Modification and Mechanisms: Friction Stress, and Reaction Engineering*. CRC Press. 800 p.

Turkdogan, E. T. (1996) *Fundamentals of Steelmaking*. Maney Materials Science. 345 p.

Tuschida, N., Tomata, Y., Nagai, K., Fukaura, K. A simple relationship between lüders elongation and work-hardening rate at lower yield stress. Scripta Materialia, 54: 57-60

Válka, L., Holzmann, M., & Dlouhý, I. (1997). The role of microstructure in brittle fracture behaviour of low alloy tempered bainitic steel. Materials Science and Engineering: A, 234:723-726.

Vervynckt, S., Verbeken, K., Thibaux, P., Lieberherr, M., Houbaert, Y. (2009) Austenite Recrystallization-Precipitation Interaction in Niobium Microalloyed Steels. ISIJ Internationa, 49: 911-920.

Vervynckt, S., Thibaux, P., Verbeken, K. (2012). Effect of niobium on the microstructure and mechanical properties of hot rolled microalloyed steels after recrystallization-controlled rolling. Metals and Materials International, 18: 37–46.

Wang, C., Yong, Q., Z. Sun, *et al.* (2010) Effects Of Ti And Mn Contents On The Precipitate Characteristics And Strengthening Mechanism In Ti Microalloyed Steels. Acta Metall. Sin. 47: 1541–1549.

Wang, Z., Sun, X., Yang, Z., *et al.* (2013) Effect of Mn concentration on the kinetics of strain induced precipitation in Ti microalloyed steels. Mater. Sci. Eng. A. 561: 212–219.

Wang, B., Liu, X., & Wang, G. (2018). Inclusion Characteristics and Acicular Ferrite Nucleation in Ti-Containing Weld Metals of X80 Pipeline Steel. Metallurgical and Materials Transactions A, 49(6), 2124–2138.

Watanabe R. (2006) Possible Slip Systems in Body Centered Cubic Iron. Mater. Trans. 47: 1886–1889.

Wu, S. J., Davis, C. L. (2004). Effect of duplex ferrite grain size distribution on local fracture stresses of Nb-microalloyed steels. Materials Science Engineering A, 389: 456–460.

Wu, C. P. P. (2009) Inclusion Characterization in High Strength Low Alloy Steel by Inclusion Characterization in High Strength Low Alloy. (Mestrado em Ciência Aplicada) Toronto, Canadá, Universidade de Toronto, 90 p.

Xie, K. Y.; Yao, Xie, L. Y.; Zhu, C.; Cairney, J. M.; Killmore, C. R.; Barbaro, F. J.; Williams, J. G.; Ringer, S. P. (2011) Effect of Nb Microalloying and Hot Rolling on Microstructure and Properties of Ultrathin Cast Strip Steels Produced by CASTSTRIP® Process. The Minerals, Metals Materials Society and ASM International. 42A: 2199-2206.

Yang, W. J., Lee, B. S., Oh, Y. J., Huh, M. Y., Hong, J. H. (2004). Microstructural parameters governing cleavage fracture behaviors in the ductile – brittle transition region in reactor pressure vessel steels. Materials Science Engineering A, 379: 17–26.

Yan, W., Shan, Y. Y., Yang, K. (2007). Influence of TiN Inclusions on the Cleavage Fracture Behavior of Low-Carbon Microalloyed Steels. Metallurgical and Materials Transactions A, 38: 1211–1222.

Yang, X., Xu, Y., Tan, X., *et al.* (2014) Influences of crystallography and delamination on anisotropy of Charpy impact toughness in API X100 pipeline steel. Mater. Sci. Eng. 607: 53–62.

Yu, H. (2008). Influences of microstructure and texture on crack propagation path of X70 acicular ferrite pipeline steel. Journal of University of Science and Technology Beijing, Mineral, Metallurgy, Material. 15: 683–687.

Zhao, Z.P., Qiao, G.Y., Li, G.P., *et al.* (2017) Fatigue properties of ferrite/bainite dualphase X80 pipeline steel welded joints. Sci. Technol. Weld. Join. 22: 217–226.

Zhang S., E. Fan, J. Wan, *et al.* (2018) Effect of Nb on the hydrogen-induced cracking of high-strength low-alloy steel. Corros. Sci. 139: 83–96.

Zhong, Y., Xiao, F., Zhang, J., Shan, Y., Wang, W., Yang, K. (2006). In situ TEM study of the effect of M/A films at grain boundaries on crack propagation in an ultra-fine acicular ferrite pipeline steel. Acta Materialia; 54: 435–443.

Zhou, Q., Wang, Z.L. (2007) *Scanning Microscopy for Nanotechnology Techniques and Applications*. New Orleans. Springer. 536 p.