

**Universidade Federal de Ouro Preto**

Escola de Minas

Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica  
PROPEM

---

Dissertação

---

**EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS DE  
TÊMPERA APÓS AUSTENITIZAÇÃO  
INTERCRÍTICA SOBRE AS  
TRANSFORMAÇÕES DE FASES,  
RESISTÊNCIA MECÂNICA POR TRAÇÃO,  
DUREZA E DESEMPENHO EM CORROSÃO  
DE UM AÇO PARA APLICAÇÃO NA  
INDÚSTRIA DE ÓLEO E GÁS**

*VERÔNICA STELA DA SILVA LIMA*

Ouro Preto  
2022



**UFOP**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO**  
**ESCOLA DE MINAS**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**  
**Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica**



**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS DE TÊMPERA APÓS AUSTENITIZAÇÃO  
INTERCRÍTICA SOBRE AS TRANSFORMAÇÕES DE FASES, RESISTÊNCIA  
MECÂNICA POR TRAÇÃO, DUREZA E DESEMPENHO EM CORROSÃO DE UM AÇO  
PARA APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA DE ÓLEO E GÁS**

**VERÔNICA STELA DA SILVA LIMA**

**Ouro Preto, MG**  
**2022**

**VERÔNICA STELA DA SILVA LIMA**

**EFEITO DE TRATAMENTOS TÉRMICOS DE TÊMPERA APÓS AUSTENITIZAÇÃO INTERCRÍTICA SOBRE AS TRANSFORMAÇÕES DE FASES, RESISTÊNCIA MECÂNICA POR TRAÇÃO, DUREZA E DESEMPENHO EM CORROSÃO DE UM AÇO PARA APLICAÇÃO NA INDÚSTRIA DE ÓLEO E GÁS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Orientador: Prof. Geraldo Lúcio de Faria, D.Sc.

Ouro Preto, MG  
2022

## SISBIN - SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO

L732e Lima, Veronica Stela da Silva.

Efeito de tratamentos térmicos de têmpera após austenitização intercrítica sobre as transformações de fases, resistência mecânica por tração, dureza e desempenho em corrosão de um aço para aplicação na indústria de óleo e gás. [manuscrito] / Veronica Stela da Silva Lima. - 2022.

137 f.: il.: color., gráf., tab..

Orientador: Prof. Dr. GERALDO LÚCIO DE FARIA FARIA.

Dissertação (Mestrado Acadêmico). Universidade Federal de Ouro Preto. Departamento de Engenharia Mecânica. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.

1. Aço - Aço API grau K55. 2. Metais - Têmpera. 3. Metais - Efeito da temperatura - Austenitização Intercrítica. 4. Metais - Transformação de Fase. 5. Força (Mecânica) - Tração. 6. Aço - Corrosão. I. FARIA, GERALDO LÚCIO DE FARIA. II. Universidade Federal de Ouro Preto. III. Título.

CDU 621

Bibliotecário(a) Responsável: Maristela Sanches Lima Mesquita - CRB-1716



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO  
REITORIA  
ESCOLA DE MINAS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALURGICA E DE  
MATERIAIS



## FOLHA DE APROVAÇÃO

**Verônica Stela da Silva Lima**

**Efeito de tratamentos térmicos de têmpera após austenitização intercrítica sobre as transformações de fases, resistência mecânica por tração, dureza e desempenho em corrosão de um aço para aplicação na indústria de óleo e gás**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Ouro Preto como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica

Aprovada em 14 de junho de 2022

### Membros da banca

DSc. - Geraldo Lúcio de Faria - Orientador - (Universidade Federal de Ouro Preto)  
DSc. - Margarida Márcia Fernandes Lima - (Universidade Federal de Ouro Preto)  
DSc. - Dalila Chaves Sicupira - (Universidade Federal de Ouro Preto)  
DSc. - Elaine Carballo Siqueira Corrêa - (Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais)

Geraldo Lúcio de Faria, orientador do trabalho, aprovou a versão final e autorizou seu depósito no Repositório Institucional da UFOP em 18/07/2022



Documento assinado eletronicamente por **Geraldo Lucio de Faria**, **PROFESSOR DE MAGISTERIO SUPERIOR**, em 18/07/2022, às 11:23, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [http://sei.ufop.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](http://sei.ufop.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **0363769** e o código CRC **C52D75C4**.

## AGRADECIMENTOS

À Deus.

À minha mãe, Ivanilda Moreira da Silva que não poupou esforços para me ajudar a chegar até aqui.

Ao meu pai, Fernando César de Lima que sempre esteve ao meu lado, apoiando e incentivando os meus estudos.

À minha avó, Isabel Moreira da Silva por todas orações, paciência e ensinamentos.

Ao meu namorado, Alisson Augusto Azevedo Figueiredo, pelo amor, paciência e companheirismo.

Ao Heitor e Lenz por todo amor, companheirismo e carinho durante essa jornada acadêmica.

Ao meu orientador, professor Dr. Geraldo Lúcio de Faria, por estar presente em todos os momentos deste trabalho, pela grande paciência e dedicação não medindo esforços para a realização efetiva deste projeto.

Ao técnico Paulo Sérgio Moreira, do Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica, pelo auxílio durante o desenvolvimento do presente projeto.

A Professora Dalila Chaves Sicupira.

Ao aluno de iniciação científica, Arthur Cançado Schuttenberg.

Ao aluno de iniciação científica, Victor Cardoso Campideli.

Ao Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica (LTM) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Minas da Universidade Federal de Ouro Preto.

Ao Laboratório de Ensaios Mecânicos do Instituto Federal de Minas Gerais – IFMG – Campus Ouro Preto.

Ao Laboratório de Corrosão e Eletroquímica Aplicada – Departamento de Química – ICEB II UFOP.

Ao PROPEM pela oportunidade e aprendizado.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, Brasil (CAPES) pela concessão de bolsa de estudos para realização do trabalho.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

*“A persistência é o caminho do êxito.” (Charles Chaplin).*

## RESUMO

As necessidades de extração e condução de óleo e gás em condições cada vez mais agressivas vêm exigindo que tubos de aço sem costura estejam em constante processo evolutivo, no que diz respeito à relação microestrutura-propriedades. No entanto, com a simplificação das adições de elementos de liga nos aços, há a necessidade de se aprimorar os processos de fabricação, principalmente às linhas de tratamentos térmicos. Atualmente algumas composições químicas de aços possibilitam que, quando temperados e revenidos, propriedades mecânicas que os classifiquem como da classe API 5CT K55 sejam alcançadas. A martensita revenida pode conferir a essa classe de aços uma boa relação entre resistência mecânica e tenacidade. Entretanto, diversos estudos voltados a aços de alta resistência para aplicação automotiva, têm mostrado que microestruturas bifásicas, constituídas por ferrita e martensita, podem proporcionar igual, ou melhor relação, sendo a martensita a principal responsável por conferir resistência mecânica e a ferrita, ductilidade. Caso esse conceito seja adaptado com sucesso para o cenário de linhas industriais de fabricação de tubos de aço sem costura, por meio da aplicação de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica, o impacto sobre o custo e tempo de produção poderiam diminuir significativamente. Nesse contexto, o presente projeto se propõe a avaliar o efeito de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica sobre as transformações de fases, evolução microestrutural, propriedades mecânicas e desempenho em corrosão de um aço para aplicação na indústria de óleo e gás visando atender requisitos da norma API 5CT grau K55. As temperaturas críticas de austenitização fora do equilíbrio estão entre 750°C e 820°C, sendo a máxima fração possível de ferrita primária não transformada (aproximadamente 34%) obtida na austenitização a 750°C. A fração de martensita e, conseqüentemente a microdureza Vickers do material é diretamente proporcional ao aumento da temperatura de austenitização intercrítica. O efeito autocatalítico no início da transformação é mais atuante quanto maior a temperatura de austenitização intercrítica. De acordo com os ensaios de tração, a aplicação de tratamentos térmicos de têmpera e revenimento após austenitização intercrítica possuem bom potencial para o desenvolvimento de tubos de aço do grau K55 com boa relação entre resistência mecânica e ductilidade. Entretanto, deve-se destacar que, para o aço estudado, a utilização de tratamentos térmicos de têmpera após austenitização intercrítica, sem revenimento, configura uma condição insegura para aplicação. Os ensaios de corrosão mostraram que a martensita revenida piorou o desempenho em corrosão.

**Palavras-Chave:** Aço API grau K55, Têmpera, Austenitização Intercrítica, Transformação de Fase, Tração, Corrosão.

## ABSTRACT

The need for extracting and conducting oil and gas under increasingly aggressive conditions have been demanding that seamless steel pipes are in a constant evolutionary process with regard to the microstructure-properties relationship. However, with the simplification of alloying element additions in steels, there is a need to improve the manufacturing processes, especially the heat treatment lines. Nowadays, some chemical compositions of steels allow that, when quenched and tempered, mechanical properties that classify it as API 5CT K55 class are achieved. Tempered martensite can achieve for this class of steels a good relationship between mechanical strength and toughness. However, several studies focused on high-strength steels for automotive application have shown that biphasic microstructures, consisting of ferrite and martensite, can provide an equal or better relationship, with martensite being the main responsible for providing mechanical strength and ferrite, ductility. If this concept could be successfully adapted to lines of industrial manufacturing of seamless steel pipe, by applying quench heat treatments with intercritical austenitizing, the impact on production time and cost could decrease significantly. In this context, this project aims to evaluate the effect of quenching heat treatments with intercritical austenitizing on phase transformations, microstructural evolution, mechanical properties and corrosion performance of a steel for application in the oil and gas industry with developed chemical composition to meet the requirements of the API 5CT grade K55 standard. Critical out-of-equilibrium austenitization temperatures are between 750°C and 820°C, with the maximum possible untransformed primary ferrite being (approximately 34%) at maximum austenitization at 750°C. The direct proportion of martensite and, consequently, the visible microhardness of the material, consequently, to the increase of the tenitization temperature. The autocatalytic effect at the beginning of the transformation is more active the higher the intercritical austenitization temperature. According to tensile tests, an application of tempering heat treatments after intercritical austenitization has good potential for the development of grade K55 steel tubes with good balance between mechanical strength and ductility. However, it should be noted that, for steels, quenching the use of heat treatments after austenitization, without tempering, configures an unsafe condition for application. Corrosion tests showed that tempered martensite worsened corrosion performance.

**Keywords:** API steel K55 grade, Quenching, Intercritical Austenitizing, Phase Transformation, Tensile Test, Corrosion.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Fluxograma - Metodologia das principais atividades do projeto de pesquisa.....	20
Figura 2: Produção de petróleo no Brasil com estimativa em milhões de barris por dia.....	22
Figura 3: Relação entre resistência mecânica à tração e tenacidade para diferentes classes de materiais.....	23
Figura 4: Gráfico comparativo de propriedades mecânicas entre aços ARBL e aços convencionais, também chamado de “Diagrama do Futebol”.....	24
Figura 5: Imagem esquemática ilustrando etapas iniciais da laminação de tubos de aço sem costura – Laminador Oblíquo.....	30
Figura 6: Imagem esquemática ilustrando etapas finais da laminação de tubos de aço sem costura – Laminadores de Acabamento.....	31
Figura 7: (a) Microestrutura do aço X42R após tratamento térmico de laminação (b) Microestrutura do aço X42N após o tratamento térmico de normalização – Micrografias (MEV), seção longitudinal, $op$ = ferrita poligonal e $P$ = perlita.....	33
Figura 8: (a) Microscopia óptica (MO) da microestrutura do material temperado e revenido; (b) Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da microestrutura do material temperado e revenido..	33
Figura 9: Microestrutura do material de revestimento aço API 5CT grau K55 (100x).....	40
Figura 10: Imagens de MEV da microestrutura do aço API K55 (seção longitudinal) em diferentes magnificações, (a) grãos ferríticos e perlíticos, e (b) detalhe da perlita.....	42
Figura 11: Imagem de MEV da microestrutura do aço API N80 (seção longitudinal).....	42
Figura 12: Fotomicrografia óptica revelando a microestrutura do aço API 5CT K55.....	43
Figura 13: Gráfico de temperabilidade típico da dureza Rockwell C em função da distância até a extremidade temperada.....	45
Figura 14: Representação esquemática de um diagrama TRC de um aço destacando a velocidade crítica de resfriamento ( $v_c$ ).....	47
Figura 15: Diagrama Ferro Carbono – Austenitização Intercrítica.....	48
Figura 16: Microestrutura em microscopia óptica do aço 410D em seu estado de entrega – ataque à quente com reativo colorante – 500x.....	50
Figura 17: Microestruturas do aço 410D após os tratamentos térmicos de 1 a 9 – ataque à quente com reagente colorante – MO – 500x.....	51
Figura 18: Microestrutura do aço 410D temperado (1000 °C por 15 min.) - ataque à quente com reagente colorante – MO – 500x.....	53

Figura 19: Imagem esquemática do ciclo de tratamento térmico utilizado neste estudo.....	55
Figura 20: Esquema dos ciclos de tratamento térmico utilizados por Kumar <i>et al.</i> (2019) para produção de aços bifásicos.....	58
Figura 21: Curvas de polarização potenciodinâmica de amostras não tratadas e tratadas termicamente em diferentes temperaturas.....	59
Figura 22: Análise MEV-EDS da região corroída da amostra após ser submetida ao teste de polarização potenciodinâmica.....	60
Figura 23: Taxa de corrosão versus fração volumétrica de martensita para o aço estudado por Nadlene <i>et al.</i> , (2011).....	62
Figura 24: Curvas de polarização potenciodinâmica do aço estudado por Abedini <i>et al.</i> , (2019)....	64
Figura 25: Micrografias (MEV) das amostras corroídas após teste de polarização potenciodinâmica. ....	64
Figura 26: Micrografia (MEV) da amostra corroída com alta fração volumétrica de martensita após teste de polarização potenciodinâmica.....	65
Figura 27: Desenho esquemático ilustrando as regiões e dimensões de amostragem do estado de entrega a partir de um tubo de aço sem costura laminado e resfriado ao ar (a) seção longitudinal; (b) seção transversal.....	66
Figura 28: Fotografia de um corpo de prova de dilatométrica com um termopar do tipo K soldado em sua superfície.....	68
Figura 29: Ciclo térmico experimental para determinar $A_{c1}$ e $A_{c3}$ por dilatométrica.....	70
Figura 30: Exemplificação da determinação das temperaturas críticas $A_{c1}$ e $A_{c3}$ pelo método do desvio mínimo.....	71
Figura 31: Ciclo térmico esquemático para avaliação da transformação martensítica.....	72
Figura 32: Determinação de $M_s$ e $M_f$ pelo método dos desvios mínimos.....	72
Figura 33: Determinação dos parâmetros da Regra da Alavanca.....	73
Figura 34: Exemplo de ajustes não lineares dos modelos Koistinen-Marburger e Koistinen-Marburger modificados obtidos a partir da curva Fração de Martensita versus Temperatura.....	75
Figura 35: Microestrutura bifásica de uma amostra submetida ao tratamento térmico de austenitização intercrítica seguida de tempera obtidos por a) Microscopia óptica e b) ImageJ.....	78
Figura 36: Representação esquemática do ciclo térmico de têmpera e revenimento simulando uma condição usualmente empregada industrialmente para o aço estudado.....	79
Figura 37: Geometria e dimensões (em mm) dos corpos de prova utilizados para o ensaio de tração. ....	82

Figura 38: Microestrutura do aço estudado no estado de entrega. Seção Transversal. (a) 200x, (b) 1000x. MO - Ataque: Nital 2%.....	84
Figura 39: Frações de fase no equilíbrio como função da temperatura. Simulação termodinâmica computacional feita no MatCalc® considerando a composição química do aço estudado (Tabela 13). .....	87
Figura 40: Concentração de carbono na austenita em função da temperatura de austenitização intercrítica. Simulação termodinâmica computacional realizada em Matcalc considerando a composição química do aço estudado (Tabela 13).....	88
Figura 41: Diagramas TRC do aço em estudo austenitizado a 950°C (Ar <sub>3</sub> -Início de decomposição da austenita em ferrita primária; P <sub>i</sub> – Início de formação de perlita; Pf – Final de formação de perlita; Bi- Início de formação de bainita; Bf – Final de formação de bainita; M <sub>i</sub> – Início de transformação martensítica; M <sub>f</sub> – Final de transformação martensítica).....	93
Figura 42: Microestruturas das amostras do aço estudado austenitizadas a 950°C e resfriadas a A) 0,5°C/s; B) 5°C/s; C) 10°C/s; D) 100°C/s. MEV – 5000X - Ataque Nital 4%.....	94
Figura 43: Microestruturas das amostras temperadas a 100°C/s após submissão às temperaturas de austenitização de (a) 750°C; (b) 760°C; (c) 770°C; (d) 780°C; (e) 790°C; (f) 820°C; (g) 850°C; (h) 880°C – Microscopia Óptica – 200x – Nital 2%.....	96
Figura 44: Microestruturas das amostras temperadas a 100°C/s após submissão às temperaturas de austenitização de (a) 950°C; (b) 1100°C; (c) 1200°C – Microscopia Óptica – 200x – Nital 2%.....	99
Figura 45: Microestruturas das amostras austenitizadas a: a) 820°C, b) 850°C, c) 880°C, d) 950°C, e) 1100°C e f) 1200°C, revelando os grãos austeníticos prévios. Ataque Teepol. M.O - 500x.....	101
Figura 46: Efeito da temperatura sobre o tamanho de grão austenítico (TGA = d) do aço API 5CT L80.....	102
Figura 47: Efeito da temperatura de austenitização sobre os valores médios de microdureza Vickers de amostras submetidas a um resfriamento acelerado a 100°C/s.....	104
Figura 48: Efeito da temperatura de austenitização sobre as temperaturas de início e final de transformação martensítica para uma taxa de resfriamento de 100°C/s.....	107
Figura 49: Fração de ferrita e temperatura de início da transformação martensítica em função da temperatura de austenitização para temperaturas de austenitização entre 750 e 790°C.....	108
Figura 50: Efeito da temperatura de austenitização sobre a cinética de transformação martensítica em amostras do aço estudado submetidas a resfriamento a 100°C/s. a) Todas as temperaturas T <sub>γ</sub> ; b) Condições bifásicas; c) Austenitização completa.....	109

Figura 51: Ajustes dos modelos propostos por Koistinen e Marburger (KM) e Lee e Van Tyne (KM_Modificada), para as amostras aquecidas a: a) 750°C, b) 760°C, c) 770°C, d) 780°C, e) 790°C, f) 820°C, com tempo de isoterma de 5 minutos e resfriadas sob taxa de 100°C/s.....	111
Figura 52: Ajustes dos modelos propostos por Koistinen e Marburger (KM) e Lee e Van Tyne (KM_Modificada), para as amostras austenitizadas a: a) 850°C, b) 880°C, c) 950°C, d) 1100°C e e) 1200°C, com tempo de isoterma de 5 minutos e resfriadas sob taxa de 100°C/s.....	112
Figura 53: Comparativo entre as temperaturas Ms experimentalmente determinadas por dilatomia e aquelas previstas pelos ajustes não lineares K-M e K-M modificado.....	114
Figura 54: Velocidade de transformação martensítica em função da temperatura durante resfriamento contínuo a 100°C/s: a) Todas as temperaturas, b) temperaturas de austenitização parcial e c) temperaturas de completa austenitização.....	115
Figura 55: Microestrutura da martensita revenida obtida após tratamento térmico de têmpera e revenimento usualmente empregado na indústria. Seção Transversal – MO – (a) 200x, (b) 500x. Ataque: Nital 2%.....	117
Figura 56: Comparação entre as tensões limite de escoamento (LE), limite de resistência (LR) e razão elástica medidas para as condições avaliadas neste trabalho.....	121
Figura 57: Comparação entre a deformação total e a redução de área medidas para as condições avaliadas neste trabalho.....	121
Figura 58: Curvas de polarização potenciodinâmica das amostras no estado de entrega e para diferentes tratamentos térmicos (T1, T2 e T3).....	122

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Diferentes Graus de tubos de aço indicando as especificações químicas de acordo com a norma API 5CT (% em massa).....	26
Tabela 2: Diferentes Graus de tubos de aço indicando as especificações de tração e dureza de acordo com a norma API 5CT.....	27
Tabela 3: Processo de manufatura, tratamento térmico e temperatura de revenimento para cada grau de aço, segundo a norma API 5CT.....	28
Tabela 4: Tensão de escoamento e resistência à tração dos aços para tubos (revestimento e tubos de fabricação).....	36
Tabela 5: Principais características e aplicações dos aços API 5CT.....	37
Tabela 6: Composições químicas para material de revestimento (% em massa).....	39
Tabela 7: Composição química em percentual em massa dos aços SAE 1010, API K55 E API N80 obtida por espectroscopia de emissão óptica.....	41
Tabela 8: Tratamentos Térmicos Realizados no Aço 410D.....	52
Tabela 9: Composição química do aço SAE 1015 (% em peso).....	54
Tabela 10: Composição química do aço estudado por Kumar et al. (2019) (% em peso).....	56
Tabela 11: Fração de volume da martensita de acordo com o aumento da temperatura.....	60
Tabela 12: Condições de tratamentos térmicos das amostras que serão avaliadas em relação ao desempenho mecânico em tração e corrosão.....	80
Tabela 13: Composição química do aço estudado no presente trabalho (% em peso).....	82
Tabela 14: Frações volumétricas de ferrita e perlita do aço estudado em seu estado de entrega (laminado à quente em Processo <i>Mannesmann</i> e resfriado ao ar).....	84
Tabela 15: Valores, média e desvio padrão dos ensaios de microdureza realizados na amostra em seu estado de entrega (carga de 1000 g por 5 segundos).....	85
Tabela 16: Valores médios de $Ac_1$ e $Ac_3$ , com seus respectivos desvios, medidos por dilatomia em aquecimento contínuo de $3^\circ C/s$ , para o aço estudado neste trabalho.....	90
Tabela 17: Frações médias de ferrita e martensita, com respectivo desvio padrão, em função da temperatura de austenitização medidas por metalografia quantitativa.....	99
Tabela 18: Tamanho de grão austenítico prévio médio ( $\mu m$ ) e desvio padrão em função da temperatura de austenitização $T_\gamma$ ( $^\circ C$ ).....	100
Tabela 19: Temperaturas de início e final da transformação martensítica medidas por dilatomia em função da temperatura de austenitização.....	104

Tabela 20: Comparativo entre as temperaturas de início da transformação martensítica obtidas experimentalmente por dilatometria e aquelas previstas pelos modelos matemáticos de previsão da cinética de transformação martensítica.....	112
Tabela 21: Microdureza Vickers da amostra submetida ao tratamento térmico de têmpera e revenimento usualmente empregado na indústria.....	117
Tabela 22: Tensões e deformações características medidas por meio de ensaios de tração uniaxial para as condições avaliadas neste trabalho.....	118
Tabela 23: Resultados de potencial de corrosão e da taxa de corrosão para as amostras no Estado de Entrega (EE) e as Termicamente Tratadas (T1, T2 e T3).....	122

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

ANP: Agência Nacional do Petróleo  
API: American Petroleum Institute  
ARBL: Alta Resistência Baixa Liga  
ASTM: American Society for Testing and Materials  
BHA: Bottom Hole Assembly  
CWD: Casing-While-Drilling  
DP: Dual Phase  
EDS: Espectroscopia de Energia Dispersiva  
EW: Electric Welding  
ISO: Organização Internacional de Normalização  
MEV: Microscopia Eletrônica de Varredura  
OCTG: Oil Country Tubular Goods  
Q&P: Quenching and Partitioning  
SAE: Society of Automotive Engineers  
SSC: Sulfide Stress Cracking  
TMCP: Thermo-Mechanical Control Process  
TRC: Transformação por Resfriamento Contínuo  
TRIP: Transformation Induced Plasticity  
UTS: Limite de Resistência a Tração  
YS: Limite de Escoamento

## LISTA DE SÍMBOLOS

$A_{c1}$ : Temperatura Inicial de Austenitização

$A_{c3}$ : Temperatura Final de Austenitização

BBL/D: Barris de Petróleo Por Dia

BOE/D: Barris de Petróleo Equivalente Por Dia

Fe-C: Ferro-Carbono

$M_i$ : Temperatura de Início de Transformação Martensítica

$M_f$ : Temperatura Final de Transformação Martensítica

$m^3/d$ : Metros Cúbicos Por Dia

$T_\gamma$ : Temperatura de Austenitização

$V_c$ : Velocidade Crítica

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	17
1.1 Objetivos Geral e Específicos.....	19
1.1.1 Geral.....	19
1.1.2 Específicos.....	19
1.2 Metodologia.....	19
1.3 Justificativa.....	20
1.4 Estrutura do Trabalho.....	21
2 REFERENCIAL TEÓRICO E FUNDAMENTAÇÃO CIENTÍFICA.....	21
2.1 Aços para Aplicação na Indústria de Óleo e Gás.....	21
2.2 Aço API 5CT grau K55.....	34
2.3 Tratamentos Térmicos de Têmpera após Austenitização Intercrítica.....	44
2.4 Corrosão em aços Bifásicos.....	55
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	64
3.1 Materiais.....	64
3.2 Caracterização do Estado de Entrega.....	65
3.2.1 Análise Química.....	65
3.2.2 Análise Microestrutural.....	65
3.2.3 Ensaio de Microdureza Vickers.....	66
3.3 Simulação Termodinâmica Computacional.....	67
3.4 Determinação do Diagrama TRC.....	67
3.4.1 Determinação das Temperaturas críticas $A_{c1}$ e $A_{c3}$ .....	68
3.4.2 Caracterização da Transformação Martensítica.....	70
3.4.3 Efeito da Temperatura de Austenitização sobre as Temperaturas $M_s$ e $M_f$ .....	74
3.4.4 Efeito da Temperatura de Austenitização sobre a Cinética de Transformação Martensítica.....	75
3.4.5 Caracterização dos Corpos de Prova de Dilatometria.....	76
3.4.6 Simulação de um Tratamento Térmico de Têmpera e Revenimento por Dilatometria....	78
3.5 Desempenho Mecânico em Tração e Corrosão de uma Condição Promissora de Têmpera com Austenitização Intercrítica.....	79
3.5.1 Ensaio de Tração.....	80
3.5.2 Ensaio de Corrosão.....	81
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	82
4.1 Caracterização do Estado de Entrega.....	82
4.1.1 Caracterização Química.....	82
4.1.2 Caracterização Microestrutural.....	83
4.2 Microdureza.....	85
4.3 Simulação Termodinâmica Computacional no Equilíbrio.....	85
4.4 Caracterização das Transformações de Fase por Dilatometria.....	89
4.4.1 Determinação das Temperaturas Críticas de Austenitização.....	89
4.4.2 Determinação Experimental do Diagrama TRC do Aço Estudado.....	91
4.4.3 Efeito da Temperatura de Austenitização sobre a Microestrutura e Microdureza das Amostras Temperadas.....	94
4.4.4 Efeito da Temperatura de Austenitização sobre as Temperaturas de Início e Final de Transformação Martensítica.....	104
4.4.5 Efeito da Temperatura de Austenitização sobre a Cinética de Transformação Martensítica.....	107
4.4.6 Simulação Física de um Tratamento Térmico de Têmpera e Revenimento por Dilatometria.....	116
4.5 Ensaio de Tração.....	117

4.6 Ensaio de Corrosão.....	121
5 CONCLUSÕES.....	125
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	127
6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	128

## 1 INTRODUÇÃO

Atualmente o setor de petróleo e gás é responsável por gerar riqueza em diversos setores da economia mundial. No mercado brasileiro, a importância do setor de petróleo e gás é irrefutável, ocupando o terceiro lugar no ranking das principais atividades econômicas do país. Além disso, os campos de pré-sal no Brasil são responsáveis por grandes reservas e poços de alta produtividade, impactando diretamente na produção *offshore* mundial.

Na indústria de óleo e gás são utilizados tubos de aços em diferentes estágios do processo produtivo, desde a extração até o transporte por longas distâncias. Dessa forma, com o aumento crescente da produção de petróleo e gás nos últimos anos e o volume da utilização da malha dutoviária, houve a necessidade de aumentar a quantidade de dutos para transporte e extração de óleo e gás, necessitando elevar também a vida útil desses tubos. Para realizar o transporte e extração de óleo e gás, os tubos devem apresentar alto desempenho, tendo maiores diâmetros e operando sob altas pressões. Sabendo que os aços são materiais que dispõem de uma boa relação entre resistência mecânica e tenacidade quando comparados a outras classes de materiais, esses se mostram como ótimos candidatos a fabricação de tubos para extração e transporte de óleo e gás.

Aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) dispõem de baixo teor de carbono e ótima soldabilidade. Seu desenvolvimento foi estimulado pela demanda por aços que apresentassem propriedades tais como: resistência mecânica, tenacidade e soldabilidade para tubulações de transporte de óleo e gás, navios e plataformas de perfuração *offshore*. Também são utilizados para diminuir o peso (massa) de componentes de automóveis e dessa forma reduzir o consumo de combustível. Os graus de classificação de aços ARBL são determinados de acordo com os níveis de resistência ao escoamento por tração, dispondo de uma boa relação entre limite de escoamento e resistência a tração sem afetar a ductilidade. Esses aços podem ser obtidos por processos de fabricação relativamente simples e bem-sucedidos na indústria, como o processo de laminação a quente ou a frio e laminação controlada.

A agência regulamentadora *American Petroleum Institute (API)* é a responsável por definir diversas normas para produção de produtos para a indústria de óleo e gás em função da aplicação pretendida.

Determinados aços ARBL se caracterizam pela excelente relação entre alta resistência mecânica por tração e boa tenacidade a fratura, podendo ser destinados à manufatura de tubos para este segmento industrial caso atendam às especificações estipuladas pela norma API.

Os produtos associados pela norma API são fabricados visando atingir determinadas características, entre elas, uma microestrutura refinada, pois o refino microestrutural é um dos

poucos mecanismos de endurecimento que pouco afeta a ductilidade do material e aumenta simultaneamente a sua tenacidade. Sabendo que os tubos de aço são usados no setor de petróleo e gás, tanto para a extração quanto para o transporte, esses podem ser divididos em duas categorias, conforme o seu processo de fabricação, sendo elas, os tubos fabricados com costura e os tubos fabricados sem costura, à diferença entre esses processos consiste na fabricação e escolha do material a ser usado no projeto.

O processo de fabricação de tubos de aços sem costura apresenta uma superioridade, pois, a partir de um aço relativamente simples e utilizando processos convencionais de tratamento térmico pode-se alcançar graus intermediários, ao contrário de tubos com costura que precisam de uma composição química mais criteriosa, além da necessidade de um tratamento termomecânico próprio com muitos critérios de processamento.

Considerando que a extração e condução de óleo e gás vem ocorrendo em condições cada vez mais agressivas, é necessário que os tubos de aço sem costura estejam em constante processo evolutivo em relação a microestrutura-propriedades. Para alcançar essa evolução, o setor produtivo tem investido em pesquisas que possibilitem obter produtos de elevada resistência mecânica e boa tenacidade. No entanto, com a simplificação das adições de elementos de liga nos aços, há a necessidade de se aprimorar os processos de fabricação, principalmente às linhas de tratamentos térmicos, tendo em vista que nessa etapa são definidas as microestruturas finais e, conseqüentemente, as propriedades mecânicas do produto. Atualmente, algumas composições químicas de aços possibilitam que, quando temperados e revenidos, propriedades mecânicas que o classifiquem como da classe API 5CT K55 sejam alcançadas.

A martensita revenida pode conferir a essa classe de aços uma boa relação entre resistência mecânica e tenacidade. Entretanto, diversos estudos voltados a aços de alta resistência para aplicação automotiva têm mostrado que microestruturas bifásicas, constituídas por ferrita e martensita, podem proporcionar igual, ou melhor relação, sendo a martensita a principal responsável por conferir resistência mecânica e a ferrita, ductilidade. Caso esse conceito seja adaptado com sucesso para o cenário de linhas industriais de fabricação de tubos de aço sem costura, por meio da aplicação de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica, o impacto sobre o custo e tempo de produção poderiam ser significativos. Nesse contexto, o presente projeto propõe a avaliação do efeito de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica sobre as transformações de fases, evolução microestrutural, resistência mecânica por tração, dureza e desempenho em corrosão de um aço para aplicação na indústria de óleo e gás com composição química desenvolvida visando atender requisitos da norma API 5CT grau K55.

## 1.1 Objetivos Geral e Específicos

### 1.1.1 Geral

Avaliar o efeito de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica sobre as transformações de fase, evolução microestrutural, resistência mecânica por tração, dureza e desempenho em corrosão de um aço para aplicação na indústria de óleo e gás, visando atender os requisitos da norma API 5CT grau K55.

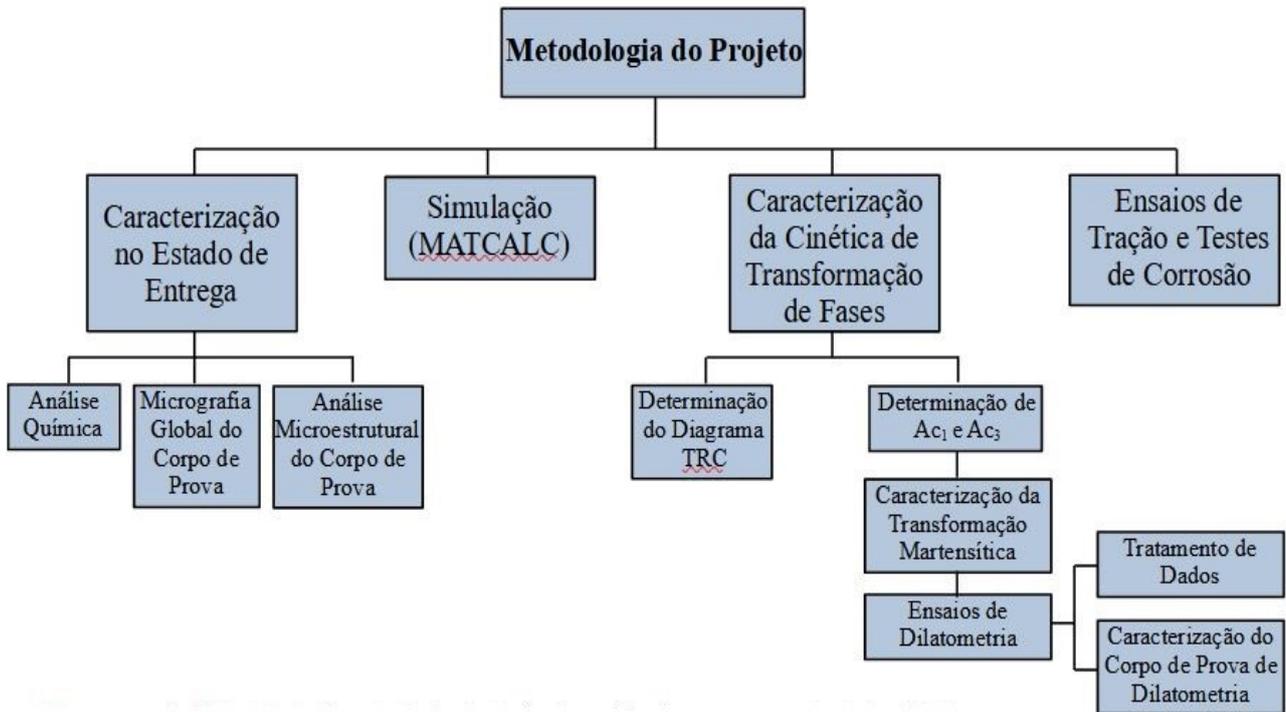
### 1.1.2 Específicos

- Caracterizar o material no estado de entrega, realizando análise química, microestrutural e microdureza;
- Realizar simulação termodinâmica computacional de transformações de fase no equilíbrio por meio do *software* MatCalc®;
- Caracterizar o efeito da temperatura de austenitização sobre a evolução microestrutural e a cinética da transformação martensítica;
- Propor uma rota de tratamento térmico de têmpera com austenitização intercrítica com potencial para se obter um aço API 5CT grau K55;
- Executar ensaios de tração e corrosão visando comparar o desempenho de amostras submetidas ao tratamento proposto com outras temperadas e revenidas em condição tipicamente utilizada na indústria.

## 1.2 Metodologia

O projeto será realizado nas instalações dos laboratórios do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Minas, na Universidade Federal de Ouro Preto. A Figura 1 apresenta as principais etapas do procedimento experimental.

Figura 1: Fluxograma - Metodologia das principais atividades do projeto de pesquisa.



Fonte: Do Autor (2021).

### 1.3 Justificativa

A obtenção de microestruturas bifásicas adequadas para aplicação na indústria automotiva já está se consolidando, porém, muito pouco se estudou sobre a possibilidade de se obter essas microestruturas de forma viável em linhas industriais de fabricação de tubos sem costura, até mesmo porque uma das rotas usuais para a indústria automotiva consiste em, durante o resfriamento, introduzir uma etapa isotérmica, ou quase-isotérmica de processamento para que a estrutura completamente austenitizada se decomponha parcialmente em ferrita antes da têmpera, o que seria inviável para os layouts atuais de processos de fabricação de tubo sem costura. No entanto, há a possibilidade de se obter microestruturas ferrita/martensita por meio de têmperas com austenitização intercrítica, ou seja, austenitização incompleta. Nesse cenário, a ferrita presente na microestrutura não seria formada durante o resfriamento, mas seria aquela não dissolvida na etapa de austenitização dos tubos na linha de tratamentos térmicos.

Essa possibilidade, em uma primeira análise, poderia ser viável de implementação na indústria, pois ela consistiria apenas na diminuição planejada da temperatura de austenitização com possibilidade de eliminação da etapa de revenimento posterior, reduzindo custo e tempo de processos. No entanto, para que uma estratégia de fabricação desse porte seja testada em ambiente

industrial, é de fundamental importância que o design preciso do tratamento térmico que garanta a qualidade do produto seja definido com segurança. Nesse contexto, esse trabalho se propõe a fazer investigações iniciais sobre possíveis rotas de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica que possam ser tecnicamente viáveis para aplicação na indústria de fabricação de tubos de aço sem costura.

#### **1.4 Estrutura do Trabalho**

Este trabalho está dividido em quatro etapas. A introdução será responsável por contextualizar o tema proposto neste projeto de pesquisa. O referencial teórico tem como objetivo apresentar estudos relacionados a esse trabalho, posteriormente o capítulo de materiais e métodos apresentará a metodologia do projeto, que consiste em realizar uma análise química do material estudado, uma simulação matemática utilizando o *software* MatCalc<sup>®</sup>, realizar a caracterização da cinética de transformação de fases e fazer ainda ensaios de tração e testes de corrosão na amostra. Por fim, os resultados obtidos serão analisados e comparados com estudos realizados anteriormente.

## **2 REFERENCIAL TEÓRICO E FUNDAMENTAÇÃO CIENTÍFICA**

### **2.1 Aços para Aplicação na Indústria de Óleo e Gás**

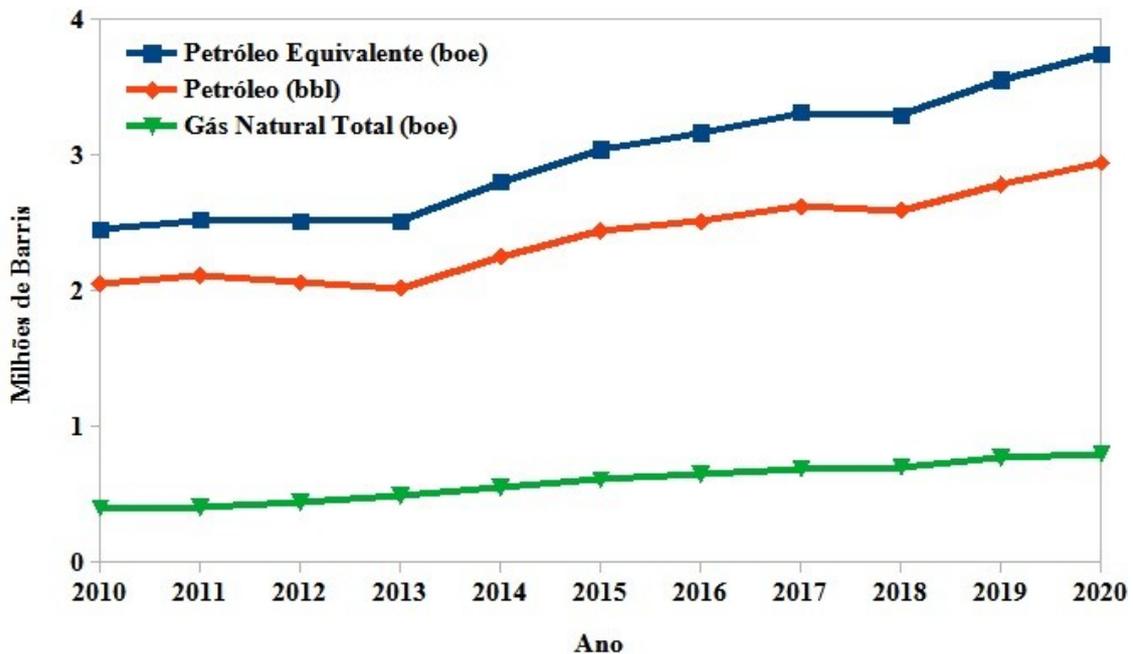
Conforme os dados apresentados pela Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis no ano de 2018, o Brasil fabricou cerca de 3,3 milhões de barris de óleo equivalente (boe) por dia de petróleo e gás, sendo que em torno de 54% são oriundos dos reservatórios do pré-sal. Os campos de pré-sal no Brasil são responsáveis por grandes reservas e poços de alta produtividade, impactando diretamente na produção *offshore* mundial (ANP, 2018).

O setor de petróleo e gás é importante não somente por suas reservas e seu potencial em constituir riqueza, sendo responsável também pelo enriquecimento de diversos setores da economia. O pré-sal está relacionado diretamente com setores de máquinas e equipamentos, peças metálicas e siderurgia. Além disso, o setor de Petróleo e Gás impacta diversos setores e alavanca a economia do país por meio da geração de emprego e renda, do investimento em pesquisa e desenvolvimento local, da contribuição para o superávit na balança comercial e da formação de uma poupança de extrema relevância – o Fundo Social (IBP, 2019). No mercado brasileiro, a importância do setor de Petróleo e Gás é irrefutável, ocupa o terceiro lugar no ranking das principais atividades econômicas no Brasil (IBGE, 2015).

Nos últimos anos, o setor de petróleo e gás vem aumentando significativamente a produção, no entanto, com essa demanda cada vez maior, é necessário investir em mais tecnologia para a extração do pré-sal, uma vez que este se encontra em áreas críticas (ambientes quimicamente agressivos, águas ultraprofundas, ambientes com altas pressões e temperaturas elevadas). Assim, é necessário o desenvolvimento de produtos com elevado desempenho para a extração e transporte de petróleo e gás (SILVA, 2009).

A Figura 2 mostra a produção de petróleo no Brasil com estimativa em milhões de barris por dia. Em 2020, o Brasil apresentou recorde na produção de petróleo e gás natural, totalizando 3,74 milhões de barris de óleo equivalente por dia (boe/d). Foram fabricados 2,94 milhões de barris de petróleo por dia (bbl/d) e 127,4 milhões de metros cúbicos de gás natural por dia (m<sup>3</sup>/d) (ANP, 2021). No ano de 2020, a produção nacional alcançou a marca recorde de 3.740.612,09 barris de petróleo equivalente por dia (boe/d). Trata-se de um aumento de 5,22% em relação a 2019 (3.554.976,06 boe/d) e 52,71% em relação a 2010 (2.449.563,04 boe/d). A última década contou com constante aumento de produção, com exceção apenas dos anos de 2012 e 2018 (ANP, 2021).

Figura 2: Produção de petróleo no Brasil com estimativa em milhões de barris por dia.



Fonte: Adaptado de Agência Nacional do Petróleo-ANP, 2021.

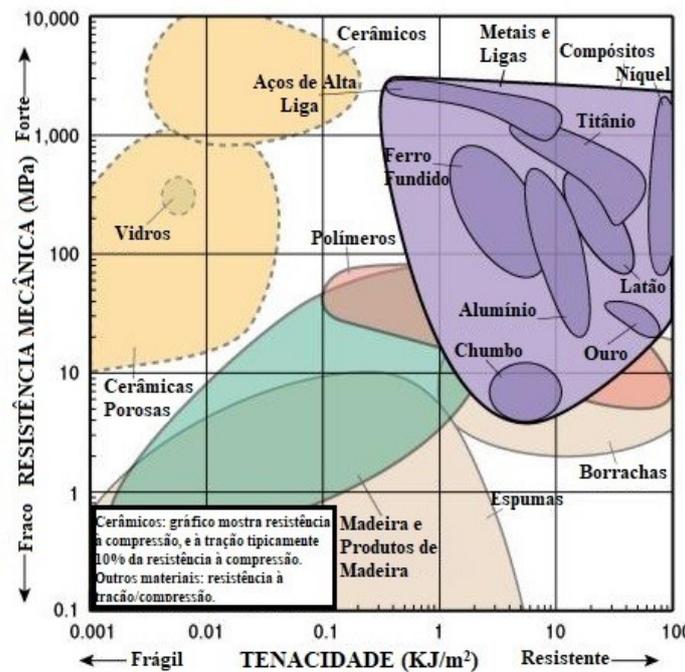
Na indústria de óleo e gás, os tubos de aços são empregados em diversos estágios do processo produtivo, desde a extração até o transporte por longas distâncias. Dessa forma, com o

aumento crescente da produção de petróleo e gás nos últimos anos, intensificou-se a utilização da malha dutoviária. Além disso, houve a necessidade de aumentar a quantidade de dutos para transporte e extração de óleo e gás, aumentando também a vida útil desses tubos. Para realizar o transporte e extração de óleo e gás, os tubos devem apresentar maiores diâmetros e serem capazes de operar em altas pressões (SENA E GODEFROID, 2016).

Os aços são materiais muito promissores para a fabricação desses tubos, pois de forma geral, ao se planejar bem as composições químicas e as microestruturas, eles podem apresentar propriedades mecânicas e químicas desejáveis para esta aplicação. Os aços podem passar por processos de tratamentos térmicos, como a têmpera e a normalização e assim obter as características pretendidas.

O interesse em utilizar o aço na fabricação de tubos no setor de óleo e gás está relacionado à relação favorável entre resistência mecânica e tenacidade que esse material oferece quando comparado a outras classes de materiais. À partir da Figura 3, pode-se inferir que os aços possuem melhores relações entre resistência mecânica e tenacidade quando, por exemplo, comparado às cerâmicas e aos polímeros.

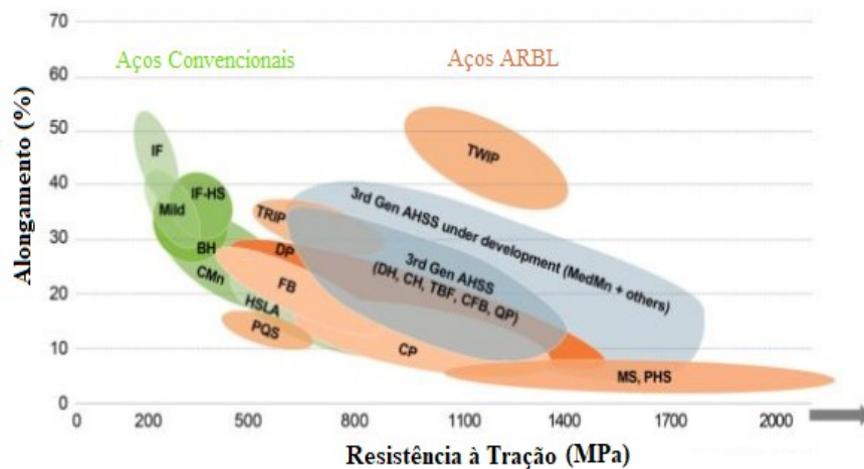
Figura 3: Relação entre resistência mecânica à tração e tenacidade para diferentes classes de materiais.



Fonte: Adaptado de *Materials Eng.* 2021.

Os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) foram desenvolvidos pela demanda em obter determinadas características, tais como: alta resistência mecânica, tenacidade e ótima soldabilidade. Esses aços foram sempre muito impulsionados pela indústria automotiva e, devido à versatilidade química, microestrutural e de propriedades dessa família de aços, vislumbrou-se a aplicação de algumas classes de aços ARBL na indústria de óleo e gás. Esses aços apresentam alta resistência mecânica, além de dispor de uma boa relação entre limite de escoamento e resistência a tração, não comprometendo a ductilidade. Esses aços dispõem ainda de uma boa soldabilidade devido à baixa concentração de carbono, além de poderem ser feitos através do processo de laminação a quente ou a frio, sendo processos relativamente simples e bem conhecidos (SORRIJA, 2016). Conforme ilustra a Figura 4, conhecida como “diagrama do futebol”, dentro da classe ARBL existem diversas famílias que podem ser fabricadas de muitas formas diferentes.

Figura 4: Gráfico comparativo de propriedades mecânicas entre aços ARBL e aços convencionais, também chamado de “Diagrama do Futebol”.



Fonte: Adaptado de *World Auto Steel*, 2021.

Os aços destinados à indústria de óleo e gás são fabricados de acordo com requisitos estipulados pela agência regulamentadora *American Petroleum Institute (API)*. Essa agência, em função da aplicação desejada, disponibiliza diversas normas para manufatura de produtos para a indústria de óleo e gás. Alguns aços ARBL, como já apresentado, que se caracterizam pela relação favorável entre alta resistência mecânica e boa tenacidade a fratura, podem ser destinados à fabricação de tubos para este segmento industrial, caso atendam às especificações estipuladas pelas normas API.

Dentro desse universo de classificação dos aços para aplicação na indústria de óleo e gás existem os produtos chamados *LINE PIPE* e os *OCTG (Oil Country Tubular Goods)*, que são

utilizados no processo de condução e exploração no setor de óleo e gás, respectivamente (API 5L). Os produtos do tipo *LINE PIPE* são utilizados em linhas de transmissão e são classificados de acordo com a norma API 5L. Enquanto os produtos *OCTG* são utilizados no processo de perfuração de poços (tubos de perfuração *drill pipe*), ou ainda são usados como revestimentos de poços já abertos, conhecidos como *casing* e na conexão da cabeça do poço ao reservatório, chamados de *tubing* (SILVA, 2009).

Os produtos do tipo *OCTG* apresentam maior tecnologia e são mais avançados se comparados ao do tipo *LINE PIPE* por que durante a sua utilização são expostos a condições de trabalho mais rigorosas, sob todos os aspectos: solitação mecânica em tração, compressão, fadiga, corrosão e desgaste. Segundo Papavinasam (2014), em razão da natureza dos esforços cíclicos presentes e do ambiente corrosivo envolvido na perfuração (rotativa), ocorrências de fadiga-corrosão e de *Sulfide Stress Cracking – SSC* (diretamente relacionado à presença de H<sub>2</sub>S), ocorre a presença de falhas em tubos de perfuração, como é o caso dos tubos *OCTG*.

Os produtos do tipo *OCTG* são classificados de acordo com a norma API 5CT (API 5CT, 2011). As normas que especificam esses produtos têm como principal objetivo padronizar a fabricação, impondo um padrão desde a composição química, passando pelo processo de fabricação, até obter as propriedades finais, além de melhorar a segurança e assegurar a qualidade do produto (API ORG, 2021).

Os produtos relacionados pela norma API 5CT são produzidos com o objetivo de obter produtos que possuam microestrutura refinada, pois se sabe que o refino microestrutural é um dos poucos mecanismos de endurecimento que não prejudica a ductilidade do material. Sendo assim, é usual que na composição química de alguns desses aços se verifique adições de elementos como alumínio, nióbio, titânio ou vanádio que são bons formadores de nitretos e/ou carbonetos que atuam favorecendo restrições ao crescimento de grão austenítico em processos de conformação mecânica e de tratamentos térmicos (HU *et al.*, 2014).

A Tabela 1 mostra a composição química, enquanto a Tabela 2 determina as especificações de tração e dureza e, por fim, a Tabela 3 mostra os graus de tubos de aço (H40, J56, K55, entre outros), de acordo com a norma API 5CT, assim como mostra o processo de manufatura, tratamento térmico e temperatura de revenimento para cada grau. É importante ressaltar que os tratamentos térmicos mais utilizados nos produtos são os de têmpera e revenimento (GODEFROID *et al.*, 2017).

Tabela 1: Diferentes Graus de tubos de aço indicando as especificações químicas de acordo com a norma API 5CT (% em massa).

Grupo	Grau	Tipo	C		Mn		Mo		Cr		Ni	Cu	P	S	Si
			Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Mín.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	Máx.	
1	H40	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	-
	J56	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	0,45
	K55	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	-
	N80	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	-
	N80	Q	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	-
	R95	-	0,45c	-	-	-	-	1,9	-	-	-	-	-	0,03	0,03
2	M65	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03	0,03	-
	L80	1	-	0,43a	-	1,9	-	-	-	-	0,25	0,35	0,03	0,03	0,45
	L80	9Cr	-	0,15	0,3	0,6	0,9	1,1	8	10	0,5	0,25	0,02	0,01	1
	L80	13Cr	0,15	0,22	0,25	1	-	-	12	14	0,5	0,25	0,02	0,01	1
	C90	1	-	0,35	-	1,2	0,25b	0,85	-	1,5	0,99	-	0,02	0,01	-
	T95	1	-	0,35	-	1,2	0,25d	0,85	0,4	1,5	0,99	-	0,02	0,01	-
	C110	-	-	0,35	-	1,2	0,25	1	0,4	1,5	0,99	-	0,02	0,005	-
3	P110	e	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,03e	0,030e	-
4	Q125	1	-	0,35	-	1,35	-	0,85	0,4	1,5	0,99	-	0,02	0,01	-
a	O teor de carbono para o L80 pode ser aumentado até no máximo 0,50%, caso o produto seja temperado em óleo.														
b	O teor de molibdênio para o grau C90, Tipo 1 não tem tolerância mínima, caso a espessura da parede é menor que 17,78 mm.														
c	O teor de carbono para o R95 pode ser aumentado até no máximo 0,55%, caso o produto seja temperado em óleo.														
d	O teor de carbono para o T95, Tipo 1 pode ser diminuído até no máximo 0,15%, caso a espessura da parede for menor que 17,78 mm.														
e	Para SE grau P110, o teor de fósforo (P) deve ser no máximo de 0,020% e o teor de enxofre (S) no máximo de 0,0010%.														

Fonte: Adaptada de API *Specification 5CT 9th Edition*, 2011.

Tabela 2: Diferentes Graus de tubos de aço indicando as especificações de tração e dureza de acordo com a norma API 5CT.

Grupo	Grau	Tipo	Limite de Escoamento (MPa)		Limite de Resistência Mínimo (MPa)	Dureza Máxima <sup>a</sup>
			Min.	Máx.		HRC
1	H40	-	276	552	414	-
	J56	-	379	552	517	-
	K55	-	379	552	655	-
	N80	1	552	758	689	-
	N80	Q	552	758	689	-
	R95	-	655	758	724	-
2	M65	-	448	586	586	22
	L80	1	552	655	655	23
	L80	9Cr	552	655	655	23
	L80	13Cr	552	655	655	23
	C90	1	621	724	689	24,5
	T95	1	655	758	724	24,5
	C110	-	758	828	793	30
3	P110	-		965	862	-
4	Q125	1	862	1034	931	b
a	No caso de conflito, a dureza Rockwell C deve ser usada como referência.					
b	Nenhum limite de dureza foi especificado, mas a variação máxima é restrita ao controle de produção segundo a norma API 5CT.					

Fonte: Adaptada de API *Specification 5CT 9th Edition*, 2011.

Tabela 3: Processo de manufatura, tratamento térmico e temperatura de revenimento para cada grau de aço, segundo a norma API 5CT.

Grupo	Grau	Tipo	Processo de Manufatura *	Tratamento Térmico	Temperatura de Revenimento °C
1	H40	-	S ou SE	-	-
	J56	-	S ou SE	- <sup>b</sup>	-
	K55	-	S ou SE	- <sup>b</sup>	-
	N80	1	S ou SE	c	-
	N80	Q	S ou SE	Q	-
	R95	-	S ou SE	Q <sup>d</sup>	538
2	M65	-	S ou SE	e	-
	L80	1	S ou SE	Q	566
	L80	9Cr	S	Q <sup>f</sup>	593
	L80	13Cr	S	Q <sup>f</sup>	593
	C90	1	S	Q	621
	T95	1	S	Q	649
	C110	-	S	Q	649
3	P110	-	S ou SE <sup>g,h</sup>	Q	-
4	Q125	1	S ou SE <sup>h</sup>	Q	-
a	S = Processo sem costura; SE = Processo com solda elétrica.				
b	Normalizado em todo o comprimento e volume, normalizado e revenido ou temperado e revenido de acordo com as especificações do produto ou por acordo de compra.				
c	Tratamento térmico por todo comprimento e volume é mandatório. Por opção do fabricante, normalizado ou normalizado e revenido.				
d	Inclui o método de têmpera interrompida seguido de resfriamento controlado.				
e	Tratamento térmico por todo comprimento e volume é mandatório. Por opção do fabricante ou especificado na compra, o produto pode ser normalizado, normalizado e revenido ou temperado e revenido (Q).				
f	Tipos 9Cr e 13Cr podem ser temperados a ar.				
g	Requisitos químicos para solda elétrica do tubo P110 estão especificados na norma 5CT				
h	Requisitos especiais para solda elétrica dos graus P110 e Q125 estão especificados na norma 5CT				

Fonte: Adaptada de API *Specification 5CT 9th Edition*, 2011.

Os tubos de aço são utilizados no setor de petróleo e gás, tanto para a extração quanto para o transporte. Os tubos de aço podem ser divididos em duas classes de acordo com o seu processo de fabricação, sendo elas, os tubos fabricados com costura e os tubos fabricados sem costura. A diferença entre esses processos está presente na fabricação e escolha do material a ser usado no projeto segundo as normas internacionais de segurança (FRANÇA, 2015).

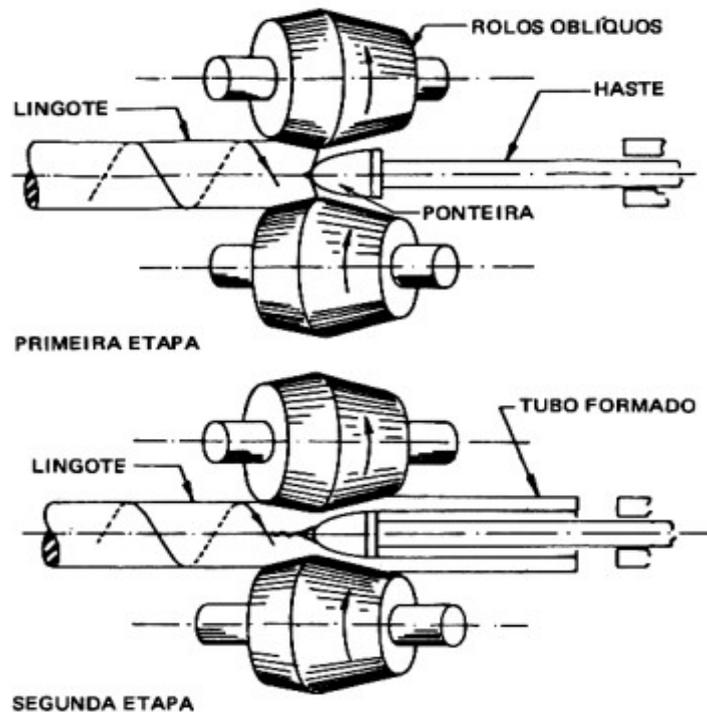
Os tubos de aço com costura são fabricados a partir da conformação e soldagem elétrica de chapas de aço ARBL previamente submetidas a processos de laminação controlada (processos *TMCP-Thermo-Mechanical Control Process*). Esse processo apresenta algumas vantagens, como por exemplo, baixo custo, além de ser um processo mais acessível. No entanto, possui qualidade inferior se comparado aos tubos sem costura (SEBASTIÃO, 2005).

Para a fabricação de tubos sem costura, o processo de laminação é o mais importante dentre os processos de produção. As medidas de tubos de aço-carbono sem costura disponíveis no mercado variam entre 80 mm e 650 mm de diâmetro, com espessura de parede entre 6 mm e 100 mm e, por fim, o comprimento não apresenta um valor fixo, pois depende do peso do lingote de que é produzido o tubo. Na realidade pode variar entre 6 m e 10 m, porém, podem existir tubos com até 18 m de comprimento. Existem muitos processos de fabricação por laminação, o processo conhecido como “*Mannesmann*” é considerado o mais importante (SEBASTIÃO, 2005).

O processo de laminação *Mannesmann* possui as seguintes etapas:

1 – Uma barra circular maciça de aço é aquecida até uma temperatura aproximada de 1200°C em um forno rotativo, posteriormente é empurrada por dois cilindros oblíquos, conforme ilustra a Figura 5;

Figura 5: Imagem esquemática ilustrando etapas iniciais da laminação de tubos de aço sem costura – Laminador Oblíquo.



Fonte: SEBASTIÃO, 2005.

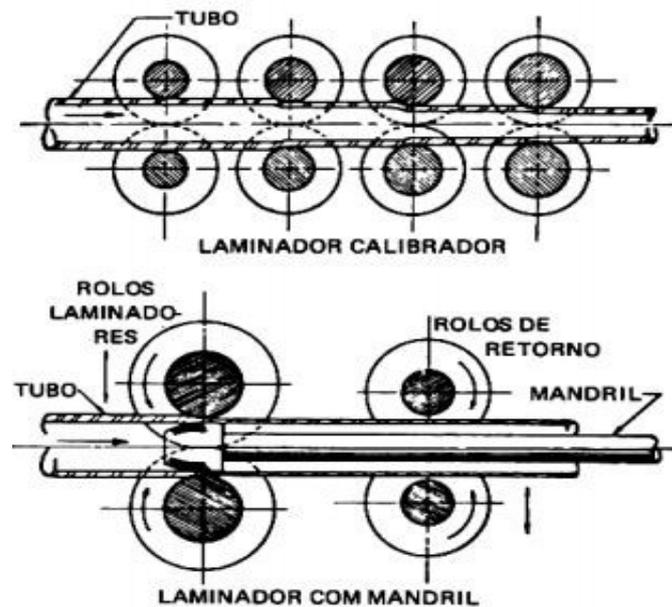
2 – O laminador oblíquo possui rolos de cone duplo, onde os eixos formam entre si um pequeno ângulo. Então, o lingote é apoiado entre os dois rolos que o pressionam fortemente, e lhe conferem, ao mesmo tempo, um movimento helicoidal de rotação e translação. Como consequência do movimento de translação, o lingote é pressionado contra uma ponteira cônica que está entre os dois rolos. A ponteira faz um furo no centro do lingote, tornando-o um tubo, e alisa continuamente a superfície interna recém-formada. A ponteira, que é fixa, está localizada na extremidade de uma haste com um comprimento maior que o comprimento final do tubo, conforme ilustra a Figura 5;

3 – O tubo gerado a partir desses processos apresenta paredes muito grossas. A ponteira é retirada e o tubo ainda em alta temperatura é direcionado para um segundo laminador oblíquo, com uma ponteira com diâmetro um pouco maior, que tem como função afinar as paredes do tubo, aumentando o comprimento e ajustando o diâmetro externo;

4 – Depois de passar pelos dois laminadores oblíquos, o tubo apresentará deformidade, estando muito empenado. Dessa forma, passará por uma ou duas máquinas desempenadoras de rolos;

5 – Por fim, o tubo sofre uma série de operações de calibragem dos diâmetros externo e interno, e alisamento das superfícies externa e interna. Essas operações são realizadas em várias passagens por laminadores com mandris e em laminadores calibradores, como ilustra a Figura 6 (SEBASTIÃO, 2005).

Figura 6: Imagem esquemática ilustrando etapas finais da laminação de tubos de aço sem costura – Laminadores de Acabamento.



Fonte: SEBASTIÃO, 2005.

Os aços microligados são fabricados através de processamento termomecânico (no caso de tubos com costura) ou tratamento térmico, por exemplo, tratamento térmico de têmpera e revenimento (no caso de tubos sem costura), e apresentam uma microestrutura especialmente composta por fases bem selecionadas e tamanhos de grãos refinados (GODEFROID *et al.*, 2017).

Tratamentos térmicos convencionais utilizados em tubos de aço sem costura resultam em microestruturas especiais que admitem maior resistência mecânica e tenacidade à fratura do que o processamento termomecânico utilizado em tubos de aço com costura, destacando a vantagem em produzir tubos de aço sem costura se comparados aos tubos de aço com costura. Como na fabricação de aço sem costura, não há grande preocupação inicial com processos subsequentes de soldagem longitudinal ou helicoidal, observa-se, em geral, que a preocupação com alguns requisitos de qualidade dos tubos de aço sem costura são um pouco menores do que no caso dos tubos com

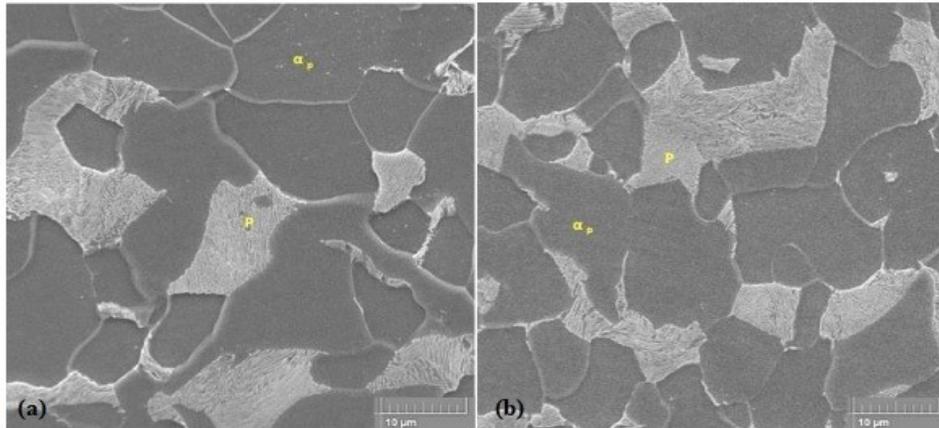
costura, pois qualidades intermediárias para os tubos sem costura apresentam propriedades mecânicas similares às altas qualidades dos tubos com costura (GODEFROID *et al.*, 2017).

Existe uma grande vantagem no processo de fabricação de tubos de aços sem costura, visto que, a partir de um aço relativamente simples, e utilizando processos convencionais de tratamento térmico pode-se atingir graus intermediários, ao contrário de tubos com costura que necessitam de uma composição química mais elaborada e rigorosa, além da necessidade de um processamento termomecânico próprio com muitos critérios de processamento, como, por exemplo, temperatura de reaquecimento, temperatura de parada de espera, temperaturas de início e final de acabamento, intervalo temporal entre passes de deformação, entre outros (GODEFROID *et al.*, 2017).

Godefroid *et al.* (2017) analisaram a influência dos processos de fabricação e tratamentos térmicos nas microestruturas e propriedades mecânicas de um tubo de aço sem costura API 5L, especialmente sua tenacidade à fratura e sua resistência ao crescimento de trincas por fadiga. Foram consideradas três condições distintas, laminação, normalização, têmpera e revenimento, para obter os seguintes graus, X42R, X42N e X70Q. Utilizou-se técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) com o objetivo de caracterizar as microestruturas resultantes. Ensaios de tração, dureza, impacto, tenacidade à fratura e crescimento de trinca por fadiga foram feitos para estudar o comportamento mecânico dos materiais.

A análise microestrutural revelou que os aços laminados a quente e normalizados apresentavam uma microestrutura contendo ferrita poligonal e uma pequena fração de perlita, as Figuras 7 (a) e 7 (b) mostram essas microestruturas.

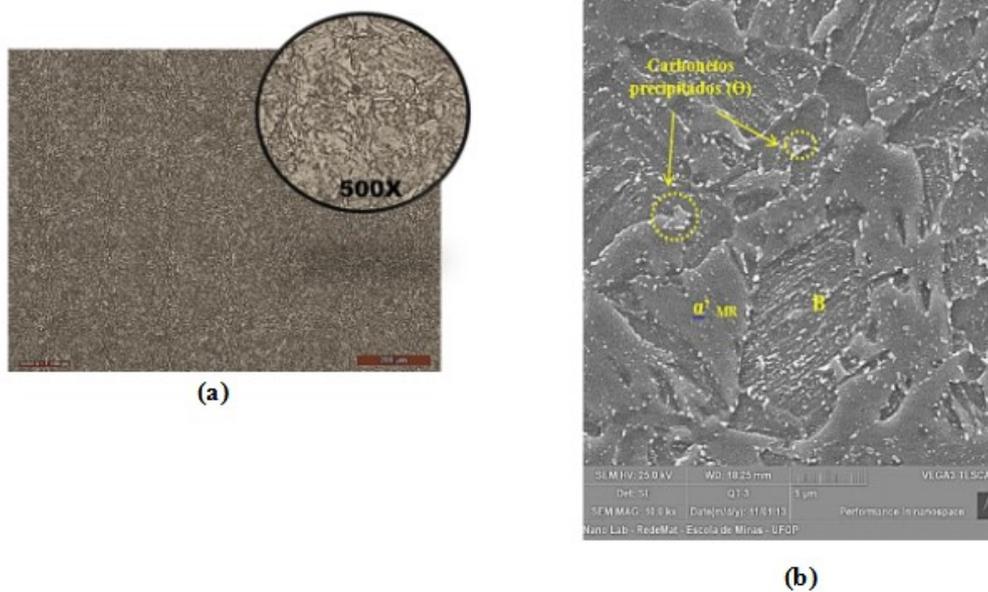
Figura 7: (a) Microestrutura do aço X42R após tratamento térmico de laminação (b) Microestrutura do aço X42N após o tratamento térmico de normalização – Micrografias (MEV), seção longitudinal,  $\alpha_p$  = ferrita poligonal e P = perlita.



Fonte: Adaptado de Godefroid *et al.*, 2017.

Os autores identificaram que o aço que passou por tratamento térmico de têmpera e revenimento apresentou uma matriz composta por martensita revenida e bainita com carbonetos finamente dispersos (partículas de cementita), apresentados na Figura 8 (a) e 8 (b).

Figura 8: (a) Microscopia óptica (MO) da microestrutura do material temperado e revenido; (b) Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da microestrutura do material temperado e revenido, B = Bainita.



Fonte: Adaptado de Godefroid *et al.*, 2017.

Os autores concluíram que é possível alcançar graus API para tubos de aço sem costura, através da aplicação de tratamentos térmicos adequados após a laminação. Segundo os autores, os tratamentos de têmpera e revenimento aumentaram as propriedades mecânicas de tração e melhoram a tenacidade à fratura, e ainda proporcionaram uma diminuição significativa na resistência ao crescimento de trincas por fadiga.

## 2.2 Aço API 5CT grau K55

A norma API 5CT *Specification for Casing and Tubing* determina as condições técnicas para o recebimento de tubos de aço utilizados com a finalidade de revestimento (*casing*) e produção (*tubing*) para poços de petróleo (API, 2005).

A norma API 5CT especifica algumas exigências como: processos de fabricação, requisitos de propriedades mecânicas e composição química, requisitos dimensionais, peso, tolerâncias, defeitos admissíveis, inspeção, frequência e tipos de testes, marcação, documentação e informações a serem prestadas pelo comprador, entre outros (API, 2005).

A norma API 5CT classifica os tubos em 4 grupos distintos de acordo com a composição química, processos de fabricação, tratamento térmico e propriedades mecânicas, sendo eles:

- Grupo 1: Grau H40, J55, K55 e N80 (tipos 1 e Q), são utilizados em ambientes em que não há solicitação de resistência à corrosão e os valores de resistência mecânica são intermediários. A especificação de composição química desses tubos é limitada ao seu teor em massa de S (enxofre) e P (fósforo), enquanto que os outros elementos ficam a critério dos fabricantes na condição de atingir as especificações de resistência mecânica. Os tratamentos térmicos aplicados podem ser, normalização, normalização e revenimento ou ainda, têmpera e revenimento. Já o processo de manufatura pode ser com costura (soldagem) ou sem costura (extrusão/laminação).
- Grupo 2: Grau M65, L80 (tipos 1, 9Cr, 13Cr), C90 (tipos 1 e 2), C95 e T95 (tipos 1 e 2), são empregados onde se requer uma maior resistência à corrosão, por exemplo em ambientes *sour*. Estes apresentam em sua especificação de composição química uma maior restrição quando comparados ao grupo 1, exceto o tubo de grau M65. Assim, ao se realizar o comparativo entre tubos de grau L80 e N80, o tubo de grau L80 apresentará um maior custo. Esses tubos passam por processos de têmpera e revenimento, a exceção do grau M65 que pode passar por normalização ou ainda normalização e revenimento. Já o processo de

manufatura pode ser com costura (soldagem) ou sem costura (extrusão/laminação) a depender do tipo e grau.

- Grupo 3: Grau P110 é um aço de alta resistência mecânica usado geralmente em poços profundos de petróleo doce e gás com altas pressões. Esse grau é vulnerável a falhas de SSC (corrosão sob tensão na presença de sulfetos), fenômeno que pode ser evitado se as temperaturas forem relativamente altas ( $>175^{\circ}\text{F}$ ) (SPE, 2021). O grau P110 é relativamente mais caro que o grau L80 Tipo 1, e normalmente mais barato que os graus C90 e T95API de rendimento restrito (SPE, 2021). O grau P110 deve passar pelo processo de têmpera e revenimento. Ele pode ser manufaturado através do processo *EW* considerando que as porcentagens máximas de S (enxofre) e P (fósforo) são menores ou, ainda através do método sem costura (SORRIJA, 2016).
- Grupo 4: Grau Q125 (tipos 1, 2, 3 e 4) são empregados onde a exploração ocorre em águas ultraprofundas, como por exemplo, em poços onde a profundidade varia entre cinco e nove mil metros (RENPU, 2011). A especificação química é mais restrita do que a do grau P110, com porcentagens em massa estipulados de C (carbono), Mn (manganês), Ni (níquel), S (enxofre), P (fósforo), Mo (molibdênio) e Cr (cromo), no entanto, os elementos Mo e Cr são controlados somente para o tipo 1. Tubos manufaturados a partir desse aço podem ser fabricados através da aplicação dos tratamentos térmicos de têmpera e revenimento, podendo ser da forma sem costura (*seamless*) ou com costura (soldado através de *EW*) (SORRIJA, 2016).

De acordo com o *American Petroleum Institute (API)*, a designação da letra de classe API foi selecionada arbitrariamente para fornecer um nome exclusivo para vários aços. Os números na designação do grau apontam o limite de escoamento mínimo do aço em mil psi. API determina a resistência ao escoamento como a tensão de tração necessária para gerar um alongamento total específico por unidade de comprimento em um corpo de prova padrão (SPE, 2021). Tendo como exemplo o aço API classe P110, pode-se afirmar que ele apresenta tensão de escoamento mínimo de 110.000 psi, que é aproximadamente 758,4 MPa (API 5CT, 2012).

A Tabela 1 apresenta as características químicas dos aços utilizados em revestimento e tubos de fabricação de poços de acordo com a norma API 5CT. Tendo como destaque o aço API K55, foco de estudo dessa Dissertação, tal como os demais aços do grupo 1, dispõe somente de limitações dos limites de P (fósforo) e S (enxofre), que são conhecidos como impurezas. Como a norma apresentada é baseada na tensão de escoamento, a composição química pode ficar a critério do fabricante, satisfazendo os limites químicos estabelecidos pela norma (MEDEIROS, 2019).

A Tabela 4 mostra as exigências de resistência mecânica (tensão de escoamento e resistência à tração mínima) dos aços indicados pela norma, a destacar o aço de grau K55.

Na Tabela 5 são apresentadas as propriedades e aplicações dos principais aços API, como por exemplo o aço de grau K55 que é utilizado na exploração de hidrocarbonetos.

Tabela 4: Tensão de escoamento e resistência à tração dos aços para tubos (revestimento e tubos de fabricação).

Grupo	Grau	Tipo	Tensão de Escoamento				Resistência à Tração	
			Mín. (psi)	Mín. (MPa)	Máx. (psi)	Máx. (MPa)	Mín. (psi)	Mín. (MPa)
1	H40	-	40.000	275,79	80.000	551,58	60.000	413,69
	J55	-	55.000	379,21	80.000	551,58	75.000	517,11
	K55	-	55.000	379,21	80.000	551,58	95.000	655,00
	N80	1	80.000	551,58	110.000	758,42	100.000	689,48
2	M65	-	65.000	448,16	85.000	586,05	85.000	586,05
	L80	1	80.000	551,58	95.000	655,00	95.000	655,00
	L80	9 Cr	80.000	551,58	95.000	655,00	95.000	655,00
	L80	13 Cr	80.000	551,58	95.000	655,00	95.000	655,00
	C90	1-2	90.000	551,58	105.000	723,95	100.000	689,48
	C95	-	95.000	655,00	110.000	758,42	105.000	723,95
	T95	1-2	95.000	655,00	110.000	758,42	105.000	723,95
3	P110	-	110.000	758,42	140.000	965,27	125.000	861,84
4	Q125	1-4	125.000	861,84	150.000	1034,21	135.000	930,79

Fonte: Adaptado da Norma API 5CT, 2012.

Tabela 5: Principais características e aplicações dos aços API 5CT.

Grau	Propriedades
J55	É um aço de baixo grau (baixa resistência) e, portanto, é amplamente aplicado para extração de óleo e gás especialmente em baixas profundidades. Devido ao seu baixo custo em relação aos demais aços, o seu uso é muito comum na indústria de petróleo e gás. Pode ser encontrado na forma de tubo sem costura ou tubo com costura (soldado por resistência elétrica EW). A critério do fabricante pode ser encontrado como: fabricado, normalizado, normalizado e recozido, ou temperado e revenido.
K55	Assim como os aços J55, os aços K55 são considerados aços de uso comum para revestimento de poços utilizados para exploração de hidrocarbonetos em profundidades relativamente baixas. A critério do fabricante pode ser encontrado como: fabricado, normalizado, normalizado e recozido, ou temperado e revenido.
N80	É uma classe relativamente antiga com as exigências químicas somente nos teores de fósforo (P) e enxofre (S), assim como os J55 e K55, mas com resistência mecânica superior, o que o torna apropriado para aplicações em poços de maiores profundidades (profundidade média). É suscetível a <i>SSC- Sulfide Stress Cracking</i> induzida pelo H <sub>2</sub> S (trincamento induzido por sulfeto). Pode ser encontrado como: normalizado (N80 – Tipo 1), normalizado e recozido e temperado e revenido. A condição de temperado e revenido é preferida devido a alta resistência. O grau N80 é normalmente mais barato do que o grau L80.
L80	Aços L80 combinam boa resistência mecânica com boa resistência à corrosão. O L80 está disponível em três tipos: tipo 1, 9Cr e 13Cr, sendo o tipo 1 o mais barato, porém o mais suscetível à corrosão. Com o passar do tempo o L80 tipo 9Cr foi substituído pelo 13Cr. Estes aços tornaram-se populares para uso em poços que contêm CO <sub>2</sub> e H <sub>2</sub> S. L80 13Cr apresenta boa resistência à corrosão em ambientes que possuem CO <sub>2</sub> , contudo para uso seguro a pressão parcial do H <sub>2</sub> S deve ser menor que 1,5 psi (10KPa).
T95	Apresenta alta resistência mecânica e são disponibilizados em dos tipos: Tipo 1 e Tipo 2. Tipo 1 é indicado para uso em ambientes com H <sub>2</sub> S.
P110	São aços de alta resistência mecânica que podem ser normalizados e temperados. São usados em poços de elevadas profundidades com altas pressões envolvidas. São suscetíveis à falha por <i>SSC - Sulfide Stress Cracking</i> , a não ser que as temperaturas sejam relativamente altas (> 79,44°C). Os aços P110 são um pouco mais caros que os aços L80 Tipo 1, mas normalmente mais baratos que os aços C90 e T95.
Q125	Aço para elevadas profundidades devido sua alta resistência. Geralmente não é usado em ambiente com H <sub>2</sub> S.

Fonte: Adaptado de Barros, 2015.

Com o avanço tecnológico da perfuração de revestimento, as conexões estão expostas a condições de poços cada vez mais rigorosas. Essas condições envolvem pressões elevadas, temperaturas mais altas e cargas mecânicas mais altas para períodos de perfuração mais longos. Como consequência, o desempenho das conexões nessas condições se torna preocupante (CIRIMELLO *et al.*, 2017).

*Casing-while-Drilling (CwD)* é um método contemporâneo de perfuração de poços, que consiste em uma técnica de perfuração (ou alargamento) com o revestimento conectado a um

conjunto de fundo de poço especial (BHA), em vez de usar um tubo de perfuração com um conjunto convencional de colares de perfuração e um conjunto de tubo de perfuração pesado. Dependendo da aplicação *CwD*, a broca pode ser convencional ou perfurável e a conexão do revestimento pode ser rosqueada API padrão ou uma rosca especial modificada *premium* (SÁNCHEZ e AL-HARTHY, 2011).

Esse sistema está sendo usado tanto em aplicações *onshore*, onde poços inteiros são perfurados com revestimento, quanto em aplicações *offshore*, onde seções específicas do furo são perfuradas com revestimento (TESSARI e WARREN, 2006).

A falha do revestimento está entre as principais preocupações associadas às operações de perfuração de poços de petróleo e gás. Na perfuração, os revestimentos são normalmente danificados por torque inadequado ou propriedades degenerativas, subsequentemente seguido por falha através de separação ou divisão. Portanto, o desempenho do revestimento é um fator relevante sob esta condição. Para favorecer a expansão de aplicações de perfuração de revestimento, um novo protocolo de teste é necessário para caracterizar adequadamente o desempenho do revestimento (XU *et al.*, 2012).

A taxa de falha do revestimento, ocasionando vazamento de fluido ou gás, aumenta drasticamente com o envelhecimento dos poços. Além disso, 90% das falhas de revestimento acontecem nos pontos de conexão que ligam cada tubo de aço individual (CIRIMELLO *et al.*, 2017).

Cirimello *et al.* (2017) investigaram a falha de um revestimento de tubo sem costura durante a perfuração de um poço de petróleo. Esse revestimento era composto por um tubo manufaturado com o aço grau K55 que atendia à especificação química e às propriedades mecânicas da norma API 5CT. Observa-se pela Tabela 6 os resultados da análise química do material do tubo e os limites exigidos pelo padrão API 5 CT para um grau K55. Foram realizadas análises fractográficas e análise de falha com testes físicos e químicos. O material do revestimento apresentou uma boa tenacidade na temperatura de serviço.

Tabela 6: Composições químicas para material de revestimento (% em massa).

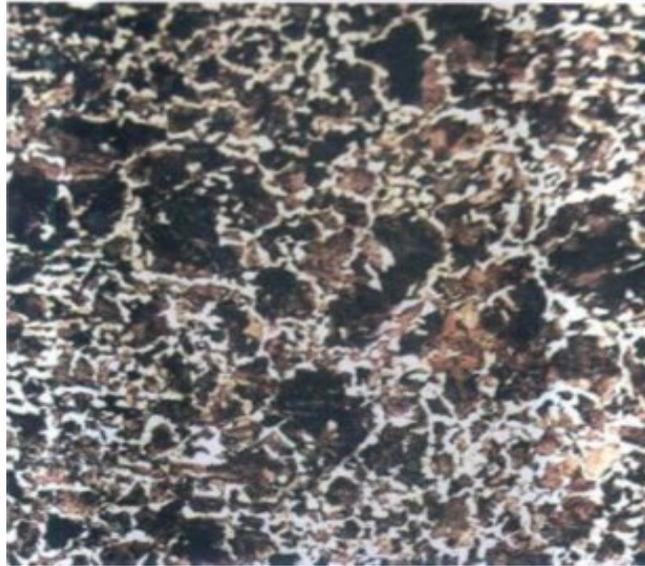
Elemento	Tubo com Falha	API 5CT – GRAU K55
C	0,24	-
Mn	1,36	-
Mo	0,06	-
Cr	0,07	-
Ni	0,13	-
Cu	0,07	-
P	0,015	0,030 máx.
S	0,010	0,030 máx.
Si	0,35	-

Fonte: Adaptada de Cirimello *et al.*, 2017.

Os requisitos da API 5CT para o grau K55 não envolvem nenhum tratamento térmico obrigatório. No entanto, essas estruturas de revestimento tubular podem ser normalizadas, normalizadas e revenidas ou temperadas e revenidas, por opção do fabricante ou se especificado pelo comprador no pedido de compra (CIRIMELLO *et al.*, 2017).

De acordo com Cirimello *et al.*, (2017), a análise por microscopia óptica do material de revestimento foi conduzida de acordo com a norma ASTM E 3-11. As amostras foram atacadas com Nital 2%. A Figura 9 mostra uma microestrutura típica Ferrita – Perlita. É possível observar uma microestrutura bastante grosseira com heterogeneidade no tamanho das colônias de perlita, assim como ferrita precipitada nos contornos dos grãos austeníticos prévios. Esta microestrutura parece ser uma microestrutura típica de um material em seu estado como laminado, ou seja, sem aplicação de tratamento térmico após a laminação.

Figura 9: Microestrutura do material de revestimento aço API 5CT grau K55 (100×).



Fonte: Adaptada de Cirimello *et al.*, 2017.

Cirimello *et al.* (2017) concluíram que, mesmo que o revestimento com falha esteja em conformidade com todos os requisitos da norma API 5CT, a metodologia *CwD Casing while Drilling* necessita de um projeto de coluna que considere a resistência à fadiga com o intuito de evitar trincas subcríticas que futuramente poderiam comprometer a integridade do poço.

Cirimello *et al.* (2017) ainda sugere analisar a viabilidade técnica e econômica do uso de projetos de acoplamento de tubo mais sofisticados. Por sua vez, estes projetos combinariam aços de alta tenacidade obtidos a partir de um projeto de liga bem planejado (definição de composição química) e aplicação de tratamentos térmicos adequados após a etapa de laminação.

Apesar da norma API 5CT não apresentar requisitos referentes ao comportamento em corrosão dos aços utilizados para revestimentos de tubos de perfuração para extração e transporte de petróleo e gás, alguns estudos têm mostrado a importância de se avaliar o desempenho em corrosão desses aços, como é o caso do aço API K55. Barros (2015); Cirimello *et al.* (2017), por exemplo, destacaram que aços para esta aplicação quando expostos a meios ricos em CO<sub>2</sub> possuem baixo desempenho em corrosão ou corrosão sob tensão, podendo apresentar alta suscetibilidade ao trincamento, levando até mesmo a tubulação a fratura.

Barros (2015) investigou a corrosão dos aços SAE 1010, API K55 e API N80 na presença de CO<sub>2</sub> a alta pressão em diferentes meios corrosivos, reproduzindo situações presentes em poços para injeção de CO<sub>2</sub> com o objetivo de armazenamento geológico de carbono. A corrosão foi analisada na pressão de 15 MPa, nas temperaturas de 50°C e 90°C, em soluções aquosas saturadas com CO<sub>2</sub>

contendo NaCl ou CaCl<sub>2</sub> e em CO<sub>2</sub> supercrítico úmido. Os corpos de prova do aço SAE 1010 usados no ensaio de corrosão foram obtidos de barras trefiladas. De acordo com Barros (2017), a composição química foi obtida por meio de espectroscopia de emissão óptica e é apresentada na Tabela 6. A microestrutura do aço é composta por ferrita e perlita.

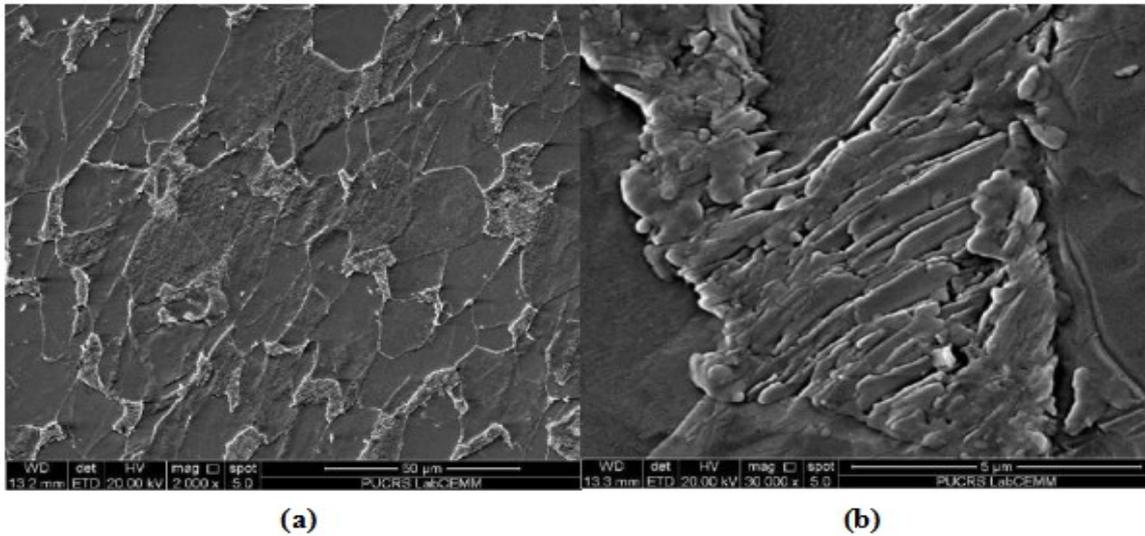
Os aços API K55 e o API N80 utilizados em seus ensaios de corrosão foram obtidos de tubos de revestimento sem costura. A composição química estava em conformidade com a norma API 5CT e é apresentada na Tabela 7. Cabe ressaltar que para estes aços a norma apenas especifica os teores máximos de P (fósforo) e S (enxofre) que não podem ultrapassar 0,03%, além disso, a microestrutura do aço API K55 foi composta por ferrita e perlita, como mostrado na Figura 10 (a). A Figura 10 (b) mostra um detalhe de uma colônia de perlita contendo lamelas de ferrita e cementita, enquanto a microestrutura do aço API N80 é constituída por ferrita acicular e bainita com carbonetos precipitados no contorno de grão, como mostrado na Figura 11.

Tabela 7: Composição química em percentual em massa dos aços SAE 1010, API K55 E API N80 obtida por espectroscopia de emissão óptica.

Aço	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Ti
<b>SAE 1010</b>	0,118	0,01	0,52	0,012	0,009	0,01	0,01	-	-
<b>K55</b>	0,235	0,239	1,35	0,022	0,0089	0,036	0,015	0,016	0,0020
<b>N80</b>	0,305	0,26	1,24	0,003	0,008	0,07	-	0,10	-

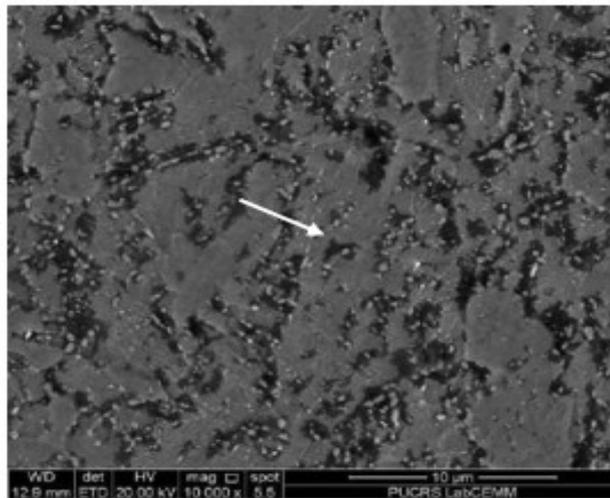
Fonte: Adaptada de Barros, 2017.

Figura 10: Imagens de MEV da microestrutura do aço API K55 (seção longitudinal) em diferentes magnificações, (a) grãos ferríticos e perlíticos, e (b) detalhe da perlita.



Fonte: Adaptada de Barros, 2017.

Figura 11: Imagem de MEV da microestrutura do aço API N80 (seção longitudinal).



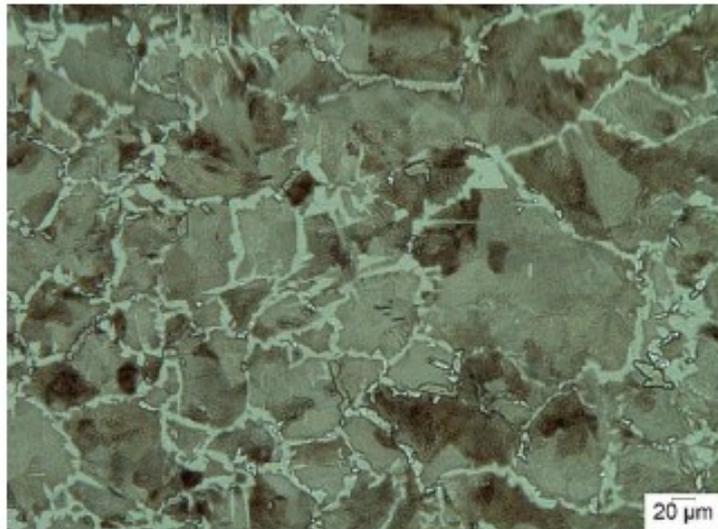
Fonte: Adaptada de Barros, 2017.

Barros (2015) destaca que apenas o aço API K55, na temperatura de 90°C, na presença de NaCl, apresentou corrosão moderada. Já em meio de CO<sub>2</sub> supercrítico úmido há predominância de corrosão moderada e alta. A autora também apresenta que aços que contêm Fe<sub>3</sub>C globular e dispersa, como o caso do aço API N80, apresentam taxa de corrosão mais alta que os aços que têm Fe<sub>3</sub>C lamelar, como é o caso do aço grau K55. Dessa forma, conclui-se que a composição química e a microestrutura do aço são importantes para a resistência à corrosão.

Ademais, Elramady (2015) estudou o efeito de laminação a frio e expansão a frio nas características superficiais de aços API 5CT quando expostos a um ambiente contendo CO<sub>2</sub>. Os dois tipos de trabalho a frio mencionados, segundo o autor, exercem significativa influência no desempenho em corrosão dos aços API 5CT K55 e P110.

A Figura 12 mostra a microestrutura pró-eutetóide do aço K55 obtida por um microscópio óptico de luz refletida. A microestrutura consiste em ferrita pró-eutetóide ao longo dos limites de grão da austenita prévia e perlita fina. O material, conforme recebido, mostra ainda ferrita de Widmanstätten crescendo a partir das superfícies dos grãos de austenita (primária), mas principalmente se desenvolvendo a partir da ferrita alotriomórfica na microestrutura (ELRAMADY, 2015).

Figura 12: Fotomicrografia óptica revelando a microestrutura do aço API 5CT K55.



Fonte: Adaptado de Elramady, 2015.

De acordo com os resultados dos testes realizados por Elramady (2015), a resistência à tração final aumenta com a deformação percentual, esse resultado era esperado pois os metais foram trabalhados a frio. A tensão de escoamento, por outro lado, apresentou determinada variabilidade que pode ser atribuída ao resultado das tensões residuais no material.

Os graus que apresentam maior resistência mecânica, ou seja, API 5CT N80 e P110, mostraram discrepâncias nos dados de rendimento e resistência à tração, enquanto os graus de menor resistência mecânica, API 5CT K55 e API 5CT L80 apresentaram comportamentos normais. Uma queda no limite de escoamento e no limite de resistência à tração final que sistematicamente aumenta com a expansão foi observada no aço P110 (ELRAMADY, 2015).

Em seu trabalho, Elramady (2015) realizou teste de polarização linear pois é considerado uma forma simples e rápida de determinar a taxa de corrosão. O ambiente para os experimentos que usou este método foi composto por água de formação sintética saturada com CO<sub>2</sub> em uma condição estagnada. As medições de potencial foram realizadas em relação ao potencial do eletrodo de calomelano saturado.

Os testes realizados por Elramady (2015) identificaram que o potencial dos aços ferrítico-perlíticos alterou para um potencial mais positivo após 144 horas. A taxa de corrosão aumentou rapidamente com o tempo para todos os aços K55. Elramady (2015) cita ainda que um estudo anterior em sistemas semelhantes revelou que o aumento da temperatura causa uma diminuição na taxa de corrosão no decorrer do tempo à medida que o potencial de corrosão se move para valores mais altos. Esse estudo descreveu que a 60°C a taxa de corrosão e o potencial do eletrodo aumentam simultaneamente por aproximadamente 60 horas, então a taxa de corrosão diminui enquanto o potencial do eletrodo continua se movendo em direção a potenciais mais positivos.

Segundo Elramady (2015), o aço com menor resistência mecânica, API 5CT K55, apresentou um comportamento indesejável em um ambiente corrosivo no teste de taxa de deformação lenta. O material dúctil exibiu a maior perda de resistência mecânica e a maior suscetibilidade à corrosão sob tensão em um ambiente contendo CO<sub>2</sub>.

### **2.3 Tratamentos Térmicos de Têmpera após Austenitização Intercrítica**

O tratamento térmico de têmpera consiste no aquecimento da liga, normalmente, 50°C acima da temperatura Ac<sub>3</sub> e Ac<sub>1</sub> do diagrama Fe-C para os aços hipoeutetóides e para os aços hipereutetóides, respectivamente, seguido de um resfriamento rápido (contínuo) após austenitização da liga, o qual pode ser feito em água, óleo, ou mesmo ao ar, dependendo da temperabilidade do aço, visando a obtenção da microestrutura martensítica.

O objetivo do tratamento térmico de têmpera é aumentar a dureza, o limite de escoamento à tração, o limite de resistência à tração, a resistência à compressão e ao desgaste, mediante a uma consequente diminuição da tenacidade ao impacto, do alongamento e da estrição, ou seja, em detrimento da ductilidade do aço.

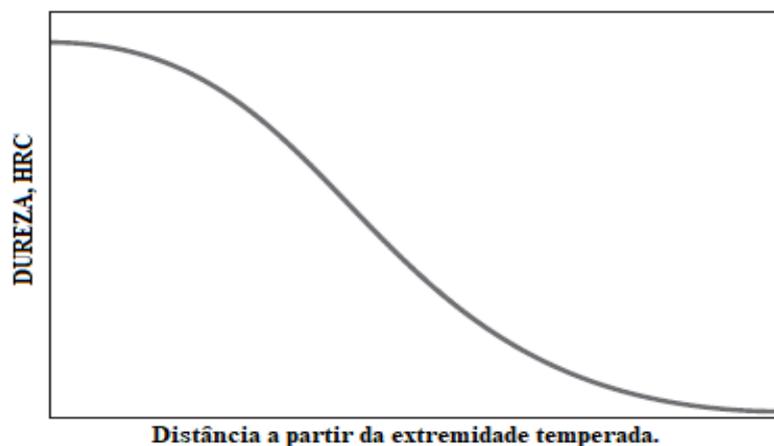
A temperabilidade do aço é a característica mais importante a ser observada ao se determinar a taxa de resfriamento mais adequada para execução do seu tratamento térmico de têmpera, possibilitando a completa transformação da austenita em martensita, em temperaturas abaixo da temperatura M<sub>i</sub> (temperatura de início de transformação martensítica da liga escolhida).

Quando a temperatura final do tratamento de t mpera   superior   da temperatura  $M_f$  (temperatura de fim de transforma o martens tica da liga escolhida), parte da austenita continua associada   martensita, n o sofrendo a transforma o e ficando retida entre as agulhas de martensita, ganhando o nome de austenita retida. A forma o de austenita retida nos a os est  muito associada   composi o qu mica da austenita e tamb m   sua estabilidade mec nica.

Geralmente, cristais de austenita ricos em carbono e outros elementos  $\gamma$ -g neos possuem maiores restri es termodin micas e mec nicas   ocorr ncia da transforma o martens tica, exigindo assim maior super-resfriamento para sua ocorr ncia. No entanto, caso estes cristais estejam muito estabilizados, mesmo em uma t mpera at  a temperatura ambiente, n o haver  for a motriz suficiente para que a transforma o ocorra e estes cristais de austenita permanecer o presentes na estrutura, mesmo   temperatura ambiente.

Uma curva de temperabilidade Jominy t pica de um a o   mostrada na Figura 13. A extremidade temperada   resfriada mais rapidamente e apresenta a dureza m xima; para a maioria dos a os, o produto nessa posi o   100 % martensita. A taxa de resfriamento diminui em fun o da dist ncia   extremidade temperada, e a dureza tamb m diminui, como exibido na Figura 13. Com a diminui o da taxa de resfriamento, h  mais tempo para a difus o do carbono e a forma o de maior propor o de constituintes difusionais. Sendo assim, um a o muito temper vel ret m altos valores de dureza at  dist ncias relativamente grandes; um a o pouco temper vel n o ret m altos valores de dureza. Al m disso, cada a o tem sua pr pria e exclusiva curva de temperabilidade (CALLISTER e RETHWISCH 2020).

Figura 13: Gr fico de temperabilidade t pico da dureza Rockwell C em fun o da dist ncia at  a extremidade temperada.



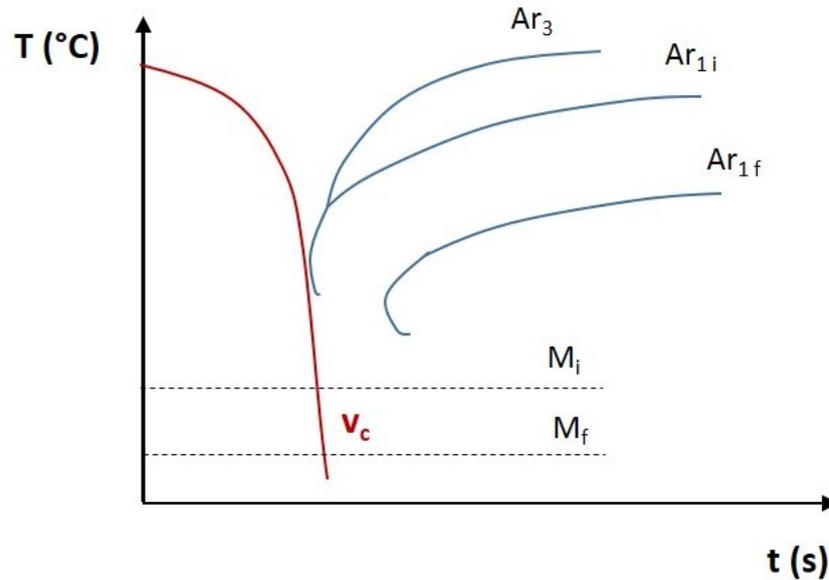
Fonte: Adaptado de Callister e Rethwisch, 2020.

A taxa de resfriamento de uma amostra depende da taxa de extração de energia térmica, que é uma função das características do meio de resfriamento que está em contato com a superfície da amostra, assim como do tamanho e da geometria da amostra (CALLISTER e RETHWISCH, 2020).

A severidade da têmpera é um termo utilizado com frequência para apontar a taxa de resfriamento; quanto mais rápido for o resfriamento, mais severa será a têmpera. Entre os três meios de têmpera mais comuns – água, óleo e ar – a água causa a têmpera mais severa, seguida pelo óleo, que por sua vez é mais eficiente do que o ar. O grau de agitação de cada meio também influencia a taxa de remoção de calor. O aumento da velocidade do meio de resfriamento ao longo da superfície da amostra melhora a eficiência da têmpera. As têmperas em óleo são indicadas para o tratamento térmico de muitos aços ligados. Na prática, para os aços com maiores teores de carbono ou adição de outros elementos de liga em maior concentração, a têmpera em água é muito severa, pois podem ser produzidas trincas ou empenamento. O resfriamento ao ar de aços-carbono comuns austenitizados gera normalmente uma estrutura quase exclusivamente perlítica, pois os mesmos não possuem temperabilidade elevada o suficiente para este meio de têmpera (CALLISTER e RETHWISCH, 2020).

Portanto, ao se planejar um tratamento térmico de têmpera bem-sucedido para um aço qualquer, é de fundamental importância que, se conheça as suas temperaturas críticas  $Ac_1$  e  $Ac_3$  para garantir a sua austenitização de forma adequada; se conheça a curva de temperabilidade do aço ou o seu diagrama TRC, pois de posse de um destes dados é possível definir a velocidade de resfriamento adequada de forma a se obter microestruturas majoritariamente martensíticas. A Figura 14 mostra, esquematicamente, um diagrama TRC de um aço. É possível observar a velocidade crítica ( $v_c$ ) de resfriamento. A velocidade crítica de resfriamento é a menor velocidade possível que se pode aplicar a um dado aço de forma a não permitir a formação de constituintes difusionais. Portanto, ao se aplicar uma velocidade de resfriamento maior do que  $v_c$ , uma estrutura majoritariamente martensítica será garantida.

Figura 14: Representação esquemática de um diagrama TRC de um aço destacando a velocidade crítica de resfriamento ( $v_c$ ).



Fonte: Adaptado de Notas de Aula Prof<sup>o</sup>.Dr. G. L. Faria, 2021.

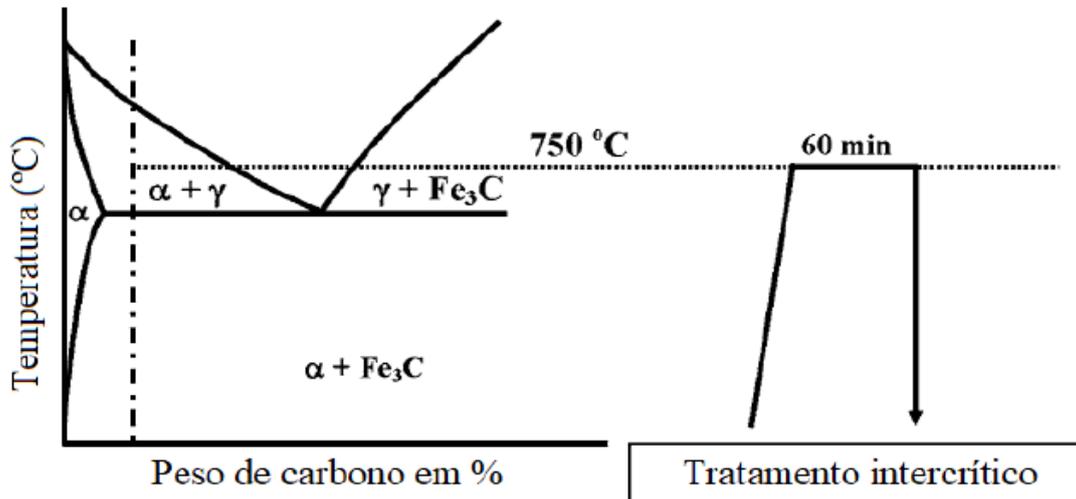
A austenitização intercristica consiste no aquecimento de um aço hipoeutetóide até uma temperatura entre  $Ac_1$  e  $Ac_3$  e tem sido muito utilizada atualmente para a obtenção de aços de alta resistência e baixa liga (ARBL) com menor teor de carbono, visando obter alta resistência mecânica por mecanismos convencionais, como endurecimento por transformação de fase, por refinamento de grão e por aumento na densidade de discordâncias, sendo ainda possível que, para algumas ligas com elevado teor de manganês é desejável a presença de austenita retida na matriz, uma vez que esta quando deformada apresenta um fenômeno de plasticidade induzida por transformação favorecendo a ductilidade e a conformabilidade do aço (YAN *et al.*, 2017).

Os aços bifásicos são conhecidos por apresentarem uma microestrutura de matriz ferrítica com ilhas de martensita, dessa forma o aço apresenta uma boa relação entre resistência mecânica, tenacidade e ductilidade (WANG E WEI, 2013). A microestrutura desses aços é obtida a partir da austenitização intercristica que consiste em aquecer uma amostra de aço no campo intercristico, ou seja, entre  $Ac_1$  e  $Ac_3$ . No caso de um aço hipoeutetóide, as fases estáveis neste campo do diagrama de fases serão ferrita e austenita.

Portanto, independente da microestrutura inicial do aço, se ele for aquecido em uma temperatura entre  $Ac_1$  e  $Ac_3$  e mantido nesta temperatura por tempo suficiente, a microestrutura será totalmente bifásica, constituída por ferrita e austenita, conforme ilustra o diagrama Fe-C da Figura

15. Assim quanto maior a temperatura de austenitização intercrítica, maior será a fração de austenita formada e, conseqüentemente, menor será a fração de ferrita não transformada (LEE E COOMAN, 2013).

Figura 15: Diagrama Ferro Carbono – Austenitização Intercrítica.



Fonte: Adaptado de DAS; CHATTOPADHYAY, 2009.

A mudança da temperatura de austenitização intercrítica provoca a formação de microestruturas bifásicas com diferentes frações de ferrita e martensita, caso o material seja temperado. Sabendo que a martensita é uma fase que confere resistência mecânica ao material e a ferrita é uma fase que confere ductilidade, isso faz com que os aços bifásicos sejam interessantes e vislumbrados em outras aplicações, logo, se há a necessidade de maior resistência mecânica, deve-se aumentar a temperatura de austenitização intercrítica, aumentando-se assim a fração de austenita. Portanto, quando temperado, maior fração de martensita será obtida. Quando é importante obter um aço com maior ductilidade, é possível controlar a temperatura de austenitização intercrítica, mantendo a temperatura mais baixa e dessa forma obter maior fração de ferrita (HÜSEYIN; HAVVA; CEYLAN, 2010).

Uma possível aplicação moderna da austenitização intercrítica é no processo de têmpera e partição (Q&P *quenching and partitioning*) que consiste em enriquecer a austenita em carbono buscando estabilizá-la à temperatura ambiente. No tratamento de Q&P clássico, o aço é completamente austenitizado, ou seja, apresenta 100% de austenita após a austenitização, porém, na têmpera, ele não é resfriado a temperatura ambiente, o resfriamento é parado em uma temperatura entre  $M_i$  e  $M_f$ , assim sendo, parte da austenita vai ter se transformado em martensita e a outra parte ainda não.

Após essa etapa, o aço é reaquecido e esse sistema martensita-austenita permanece nesta temperatura por um certo intervalo de tempo. Então devido à diferença de solubilidade, ocorre a partição de carbono da martensita para a austenita, este estágio é chamado de partição e é feito em geral em baixas temperaturas, abaixo de 450°C (MATAS e HEHEMANN, 1960). Segundo Centeno (2018), ao inserir filmes de austenita retida estabilizada através da partição do carbono pela martensita, ocorre uma melhora na plasticidade da martensita devido a diminuição da concentração de carbono e também pela substituição total ou parcial de carbonetos no processo de revenimento. Dessa forma, a austenita retida pode influenciar as propriedades mecânicas de diferentes aços bifásicos. Nos últimos anos o tratamento térmico de têmpera e partição (*Q&P quenching and partitioning*) vem sendo estudado e tem se mostrado promissor em alcançar os mesmos resultados.

O processo de têmpera e partição (Q&P) consiste na têmpera a uma temperatura abaixo da temperatura inicial da martensita ( $M_i$ ), porém acima da temperatura final da martensita ( $M_f$ ) para formar uma determinada quantidade de martensita, posteriormente é realizado um tratamento isotérmico para possibilitar a partição do carbono da martensita para austenita na ausência de precipitação de carboneto. Após essas duas etapas, o aço é temperado à temperatura ambiente e ocorre o processo de retenção da austenita (SANTOFIMIA *et al.*, 2008).

A temperatura de têmpera determina a fração de martensita inicial e a fração de austenita não transformada com base na cinética de transformação da martensita, e ainda a temperatura de partição e o tempo controlam a etapa de partição de carbono, esses parâmetros são essenciais no controle da microestrutura final (YAN *et al.*, 2017). Aços (Q&P) com microestrutura multifásica de martensita empobrecida com carbono e austenita retida enriquecida com carbono mostraram propriedades mecânicas como, resistência mecânica e ductilidade satisfatórias, isso acontece devido à plasticidade induzida por transformação (TRIP) da austenita retida (GAO *et al.*, 2014).

O tratamento térmico de austenitização intercrítica é responsável pela transformação martensítica apenas em parte da microestrutura (apenas a partir da austenita já enriquecida em carbono formada neste estágio). No contexto de Q&P, a obtenção desta austenita previamente enriquecida em carbono poderá ser benéfica, pois facilitará a sua retenção. No entanto, como a transformação martensítica é controlada por diversos fatores, como, taxa de resfriamento, composição química da austenita, defeitos cristalinos, temperatura de final de têmpera, entre outros, a temperatura de austenitização tem uma importância significativa na formação da martensita, sendo assim, pode influenciar tanto na termodinâmica quanto na cinética da transformação martensítica (TOTTEN, 2006).

Nunes *et al.* (2019) propuseram a realização de uma austenitização intercristica de um aço inoxidável 410D, aquecendo o material a temperaturas entre  $A_{c1}$ , que consiste na temperatura de início da formação da austenita, e  $A_{c3}$ , que é a temperatura final de austenitização. Sendo assim, seria possível austenitizá-lo parcialmente e, submetendo-o a um resfriamento relativamente rápido, que representa o tratamento térmico de têmpera, a porção de austenita formada se transformaria em martensita. Obtendo-se assim, uma microestrutura bifásica, composta por martensita e pela ferrita remanescente, que não sofreu austenitização durante o aquecimento.

Tendo em vista que a realização de austenitizações intercristicas no aço 410D, em diferentes temperaturas entre  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$  e por diferentes intervalos de tempo poderiam promover a obtenção de microestruturas desse aço com frações variadas de martensita. Os autores objetivaram avaliar a influência de diferentes tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercristica sobre a microestrutura, a microdureza e a resistência à tração do aço inoxidável ferrítico 410D.

Nunes *et al.* (2019) realizaram a micrografia do aço 410D em seu estado de entrega. É possível observar na Figura 16 uma microestrutura majoritariamente ferrítica, composta por grãos ligeiramente alongados na direção de laminação do material. A microestrutura observada está conforme o esperado para o processo de fabricação de um aço inoxidável ferrítico laminado à quente, recozido e laminado à frio.

Figura 16: Microestrutura em microscopia óptica do aço 410D em seu estado de entrega - ataque à quente com reativo colorante – 500x.

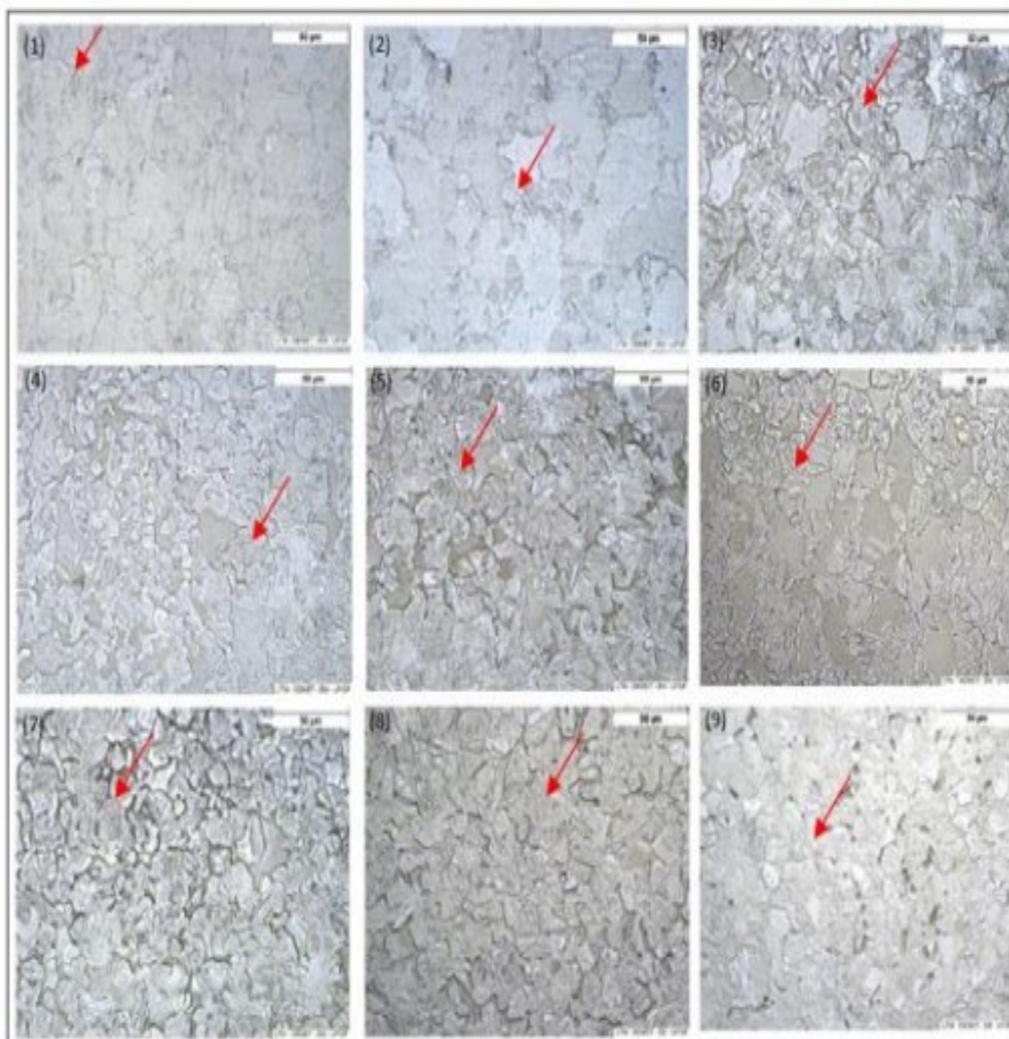


Fonte: Nunes *et al.*, 2019.

Os autores realizaram dez tratamentos térmicos de têmpera em amostras do aço 410D, variando-se o tempo e a temperatura de austenitização, conforme apresentado na Tabela 8. Em todos os tratamentos térmicos o resfriamento foi feito em água. Além disso, também foram

realizados testes de microdureza Vickers e ensaios de tração, tanto para o estado de entrega do aço 410D quanto para amostras dos dez tratamentos térmicos. A Figura 17 mostra as microestruturas resultantes dos tratamentos térmicos de 1 a 9. Observa-se que todas as microestruturas são bifásicas, compostas por ferrita e martensita. De acordo com os autores, quanto maior a temperatura de austenitização intercrítica e o tempo de tratamento, maior é a fração de martensita obtida após o resfriamento (fase indicada nas imagens de microscopia óptica por uma seta vermelha).

Figura 17: Microestruturas do aço 410D após os tratamentos térmicos de 1 a 9 – ataque à quente com reagente colorante – MO – 500x.



Fonte: Adaptada de Nunes *et al.*, 2019.

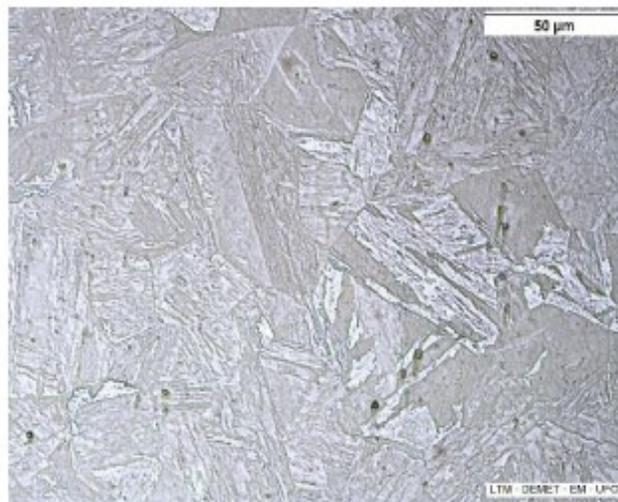
Tabela 8: Tratamentos Térmicos Realizados no Aço 410D.

Tratamentos Térmicos		
Quantidade	Temperatura (°C)	Tempo (min.)
1	815	5
2	825	5
3	825	15
4	825	30
5	840	15
6	840	30
7	850	15
8	860	30
9	900	30
10	1000	15

Fonte: Adaptada de Nunes *et al.*, 2019.

A Figura 18 mostra a microestrutura do aço temperado após ser austenitizado à 1000 °C durante 15 minutos (tratamento térmico 10). A microestrutura observada é majoritariamente martensítica, o que está de acordo com o esperado, uma vez que a temperatura de austenitização adotada nesse tratamento térmico é superior à temperatura  $A_{c3}$  do aço (NUNES *et al.*, 2019).

Figura 18: Microestrutura do aço 410D temperado (1000°C por 15 min.) - ataque à quente com reagente colorante – MO – 500x.



Fonte: Adaptada de Nunes *et al.*, 2019.

Com base nos resultados, os autores concluíram que o aumento da temperatura e do tempo de austenitização favoreceram o aumento da fração de martensita na microestrutura e que quanto maior a fração de martensita, maior a dureza e resistência mecânica em tração. O melhor equilíbrio entre ganho de resistência mecânica, sem perda expressiva de ductilidade foi apresentado pelo aço com tratamento térmico 3. Sendo assim, foi considerada uma microestrutura bifásica que proporcionou um aumento da resistência mecânica do aço inoxidável ferrítico 410D sem comprometer significativamente sua ductilidade.

Aço bifásico (*Dual Phase – DP*) é uma classe importante de aços de baixa liga e alta resistência (ARBL). Esses aços apresentam propriedades únicas, como, alta resistência à tração, alto alongamento, alta relação resistência/peso, comportamento de escoamento contínuo e resistência à tração final favorável para relação de tensão de escoamento. Essas características são referentes à microestrutura dos aços bifásicos os quais a matriz de ferrita macia e dúctil assegura alta conformabilidade; enquanto a fase de martensita dura oferece efeitos de endurecimento (NIKOOSOHBAT *et al.*, 2010).

Além da combinação única de propriedades mecânicas, pesquisadores têm investido no estudo do comportamento à corrosão de aços bifásicos, para descobrir a verdadeira capacidade desses aços usados na indústria automotiva e também visando outras aplicações, como por exemplo, a utilização desses aços como revestimento de tubos para transporte de óleo e gás.

A forma mais simples de se obter a estrutura especial de aços bifásicos é fazer o tratamento térmico de austenitização em aços de baixa liga (porcentagens de carbono menores que 0,2%) na faixa de temperatura entre  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$  e, posteriormente, têmpera em ambiente adequado. Como consequência, a microestrutura ferrita-perlita é substituída pela microestrutura ferrita-martensita. Desde a última década, as propriedades mecânicas e o comportamento à corrosão dos aços bifásicos e sua relação com a microestrutura têm sido analisadas por muitos pesquisadores (ULU *et al.*, 2014).

Abedini *et al.* (2019) estudaram o efeito da temperatura de tratamento térmico intercrítico das propriedades de tração, encruamento e resistência à corrosão em aços bifásicos. Os autores usaram uma chapa de aço SAE 1015, que foi tratada termicamente intercriticamente e o resultado da fração de volume da martensita nas propriedades mecânicas e no comportamento à corrosão do aço bifásico produzido foi avaliado. A composição química do aço foi determinada através da técnica de análise quantitativa e, é mostrada na Tabela 9. As temperaturas  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$  foram estimadas em 742°C e 858°C respectivamente.

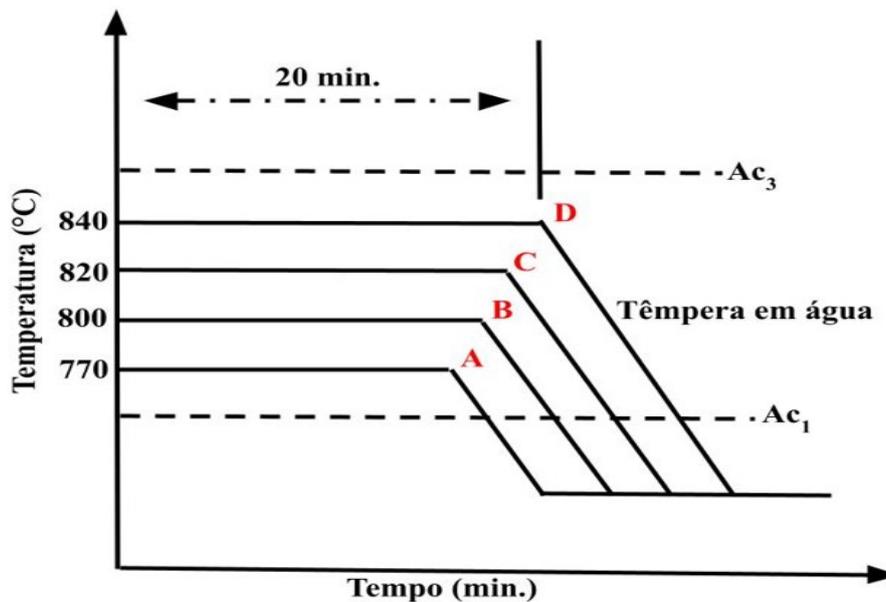
Tabela 9: Composição química do aço SAE 1015 (% em peso).

C	Mn	Si	Ni	Cr	S	P
0,1	0,44	0,13	0,04	0,08	0,02	0,14

Fonte: Adaptado de Abedini *et al.*, 2019.

As amostras foram aquecidas com temperatura intercrítica entre  $Ac_1$  e  $Ac_3$  e permaneceram por 20 minutos em uma mufla e posteriormente realizou têmpera em água para atingir a microestrutura bifásica. As etapas de tratamento térmico que foram utilizadas neste estudo são mostradas na Figura 19. As amostras que foram tratadas termicamente são designadas por letras maiúsculas, conforme exibido na figura.

Figura 19: Imagem esquemática do ciclo de tratamento térmico utilizado neste estudo.



Fonte: Adaptado de Abedini *et al.*, 2019.

Abedini *et al.* (2019) realizaram testes mecânicos submetendo 4 corpos de prova de cada amostra tanto do aço como recebido quanto do aço bifásico em ensaios de tração e dureza Vickers. O objetivo dos testes foi investigar a microestrutura e as propriedades mecânicas do aço. Para identificar a microestrutura foi usado um microscópio de luz refletida em amostra previamente submetida a polimento metalográfico padrão e ataque com solução Nital 2%. A fração volumétrica da martensita foi medida pela técnica de contagem de pontos de acordo com a norma ASTM E 562.

Abedini *et al.* (2019) ainda realizaram teste de corrosão usando a técnica de polarização galvanostática.

Abedini *et al.* (2019) concluíram que o aumento da fração de martensita acarretou no aumento da resistência à tração e a presença de martensita sendo uma segunda fase mais dura em aços bifásicos levou a um aumento na resistência mecânica em comparação com a amostra recebida. No entanto, também notaram que se a fração volumétrica de martensita tiver um aumento adicional pode ocorrer uma pequena diminuição da resistência à tração, isso pode estar relacionado com a diminuição do teor de carbono da martensita. Além disso, o ensaio de polarização identificou que os aços bifásicos apresentaram melhor desempenho em meios corrosivos quando comparados ao aço carbono com microestrutura ferrita-perlita.

## 2.4 Corrosão em aços Bifásicos

Os aços bifásicos, conhecidos também como aços *Dual Phase (DP)*, apresentam em sua microestrutura uma matriz ferrítica composta de ilhas de martensita dispersas. A fase ferrítica é responsável pela excelente ductilidade, enquanto as ilhas de martensita conferem resistência mecânica a esses aços. Alguns estudos já evidenciaram que o efeito combinado entre a fase dura da martensita e a fase macia da ferrita conferem ao aço alta resistência a tração, alta ductilidade e baixa resistência ao escoamento devido à ausência das bandas de Lüders (KUMAR *et al.*, 2019).

De acordo com Ramos *et al.*, (1979) um conjunto de fatores, como por exemplo, composição química, o tamanho do grão, as frações volumétricas das fases (martensita, ferrita, bainita e austenita retida), densidade de discordâncias, partição de elementos, presença de microligantes (nióbio, vanádio, titânio, etc), entre outros definem as propriedades mecânicas dos aços bifásicos.

Apesar desses aços apresentarem excelente comportamento mecânico, a sua durabilidade por longos períodos vem sendo analisada por alguns pesquisadores. A resistência à corrosão desses aços está relacionada diretamente a sua durabilidade a longo prazo, pois esses aços podem estar expostos a diferentes atmosferas corrosivas, podem experimentar fadiga, e ainda serem utilizados em ambientes *sour* na presença de carregamento cíclico.

A corrosão dos aços bifásicos está fortemente relacionada às frações volumétricas de ferrita e martensita, além do potencial de autocorrosão e da presença de células de corrosão microgalvânicas. A ferrita atua como microânodo e a martensita tem o papel de microcátodo nos aços bifásicos (KUMAR *et al.*, 2019).

Uma das formas de saber o quanto o aço pode resistir em um ambiente corrosivo é através de reações eletroquímicas, essas reações se dão por meio da relação entre o potencial aplicado e a corrente gerada nas reações anódicas e catódicas. É possível obter uma curva de polarização a partir do registro da corrente produzida e a varredura do potencial do material estudado, assim essa curva permite o entendimento do comportamento eletroquímico do material avaliado (STANSBURY, 1985).

A polarização potenciodinâmica pode ser descrita como uma técnica que produz curvas de polarização e analisa a varredura contínua do potencial, observando o início da corrosão, sendo determinado quando o material é imerso na solução, conhecido também como potencial de circuito aberto, ou ainda potencial no qual as reações catódicas dominam e são menores que o potencial de corrosão, dessa forma, ocorre o aumento do potencial a taxa de varredura constante. Alguns elementos podem influenciar a aparência das curvas de polarização, como, a velocidade da varredura, a composição da solução, o tempo de imersão anterior à varredura de potencial e a temperatura de ensaio (STANSBURY, 1985). Para padronizar os experimentos que objetivam obter as curvas de polarização, foram propostas normas, como a ASTM G5, conhecida internacionalmente.

Kumar *et al.*, (2019) pesquisaram o comportamento mecânico e de resistência à corrosão de aços bifásicos baixo carbono com frações variadas de martensita preparados através de tratamento térmico de recozimento intercrítico e comparou com o aço composto por ferrita-perlita. A composição química do aço estudado pelos autores é apresentada na Tabela 10.

Tabela 10: Composição química do aço estudado por Kumar et al. (2019) (% em peso).

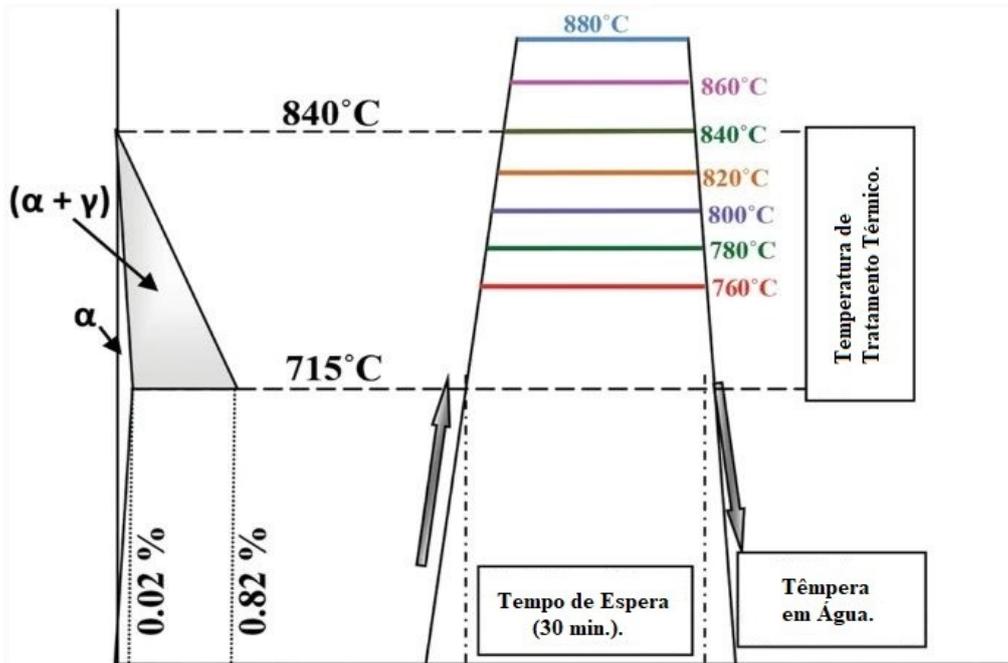
C	Mn	S	P	Si	Al	Cr	Ni	Cu	Nb	V	Ti
0,16	1,20	0,006	0,013	0,14	0,04	0,014	0,009	0,006	0,001	0,031	0,022

Fonte: Adaptado de Kumar *et al.*, 2019.

Nos estudos de Kumar *et al.* (2019), foram usadas chapas de aço laminadas a quente com espessura aproximada de 6 mm. A análise metalográfica da amostra no estado de entrega identificou microestrutura constituída por ferrita e perlita. Para realizar a homogeneização da microestrutura, as amostras de aço recebidas foram aquecidas até 950°C durante 30 minutos e resfriadas ao ar antes do tratamento de recozimento intercrítico para obtenção do aço bifásico. As amostras do aço laminado após serem homogeneizadas passaram por diferentes rotas de processo de tratamento térmico com o objetivo de produzir aços com microestruturas bifásicas com diferentes frações volumétricas de

martensita, como mostrado na Figura 20. As temperaturas  $Ac_3$  e  $Ac_1$  das amostras do aço foram calculadas em 840 e 715 ° C, respectivamente (KUMAR *et al.*, 2019).

Figura 20: Esquema dos ciclos de tratamento térmico utilizados por Kumar *et al.* (2019) para produção de aços bifásicos.



Fonte: Adaptado de Kumar *et al.*, 2019.

Para realizar o ensaio de tração foram preparados corpos de prova seguindo como padrão a norma ISO 6892:1998. As amostras foram tratadas em forno do tipo mufla horizontal utilizando-se temperatura de austenitização intercristica entre 760°C e 880°C (com intervalos de variação a cada 20°C). O equipamento utilizado apresentava uma precisão no controle da temperatura de  $\pm 5^\circ\text{C}$ . Após esse estágio de austenitização intercristica de 30 minutos as amostras foram resfriadas em água à temperatura ambiente.

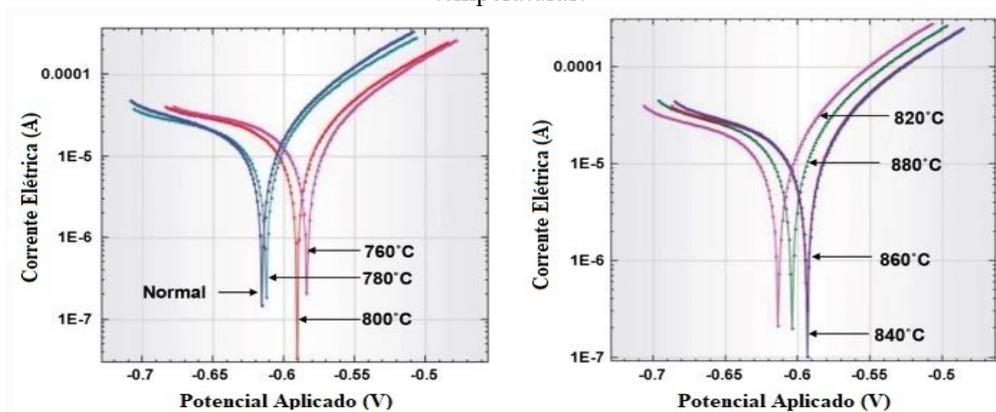
Para se medir as frações de fase e o tamanho de grão austenítico prévio, as amostras de aço foram atacadas usando os reativos Nital 2% e posteriormente uma solução aquosa saturada de ácido pícrico. Para determinar as frações volumétricas de ferrita e martensita foi utilizado o microscópio de luz refletida equipado com software metalográfico quantitativo. Cada uma das amostras submetidas aos diferentes tratamentos térmicos foram analisadas com auxílio deste software, por meio da utilização do método de contagem de pontos. As análises microestrutural e de microdureza Vicker das amostras de aço tratadas termicamente foram realizadas usando uma pequena amostra que também seguiu os mesmos ciclos de tratamentos térmicos (KUMAR *et al.*, 2019).

Os autores ainda avaliaram o comportamento da resistência à corrosão de amostras de aço com diferentes frações volumétricas de ferrita e martensita. Para este fim, utilizou-se técnicas de medição de potencial em circuito aberto com tempo, polarização potenciodinâmica e espectroscopia de impedância eletroquímica.

Segundo os resultados apresentados por Kumar *et al.*, (2019), as amostras de aços bifásicos revelaram uma microestrutura homogênea de martensita na matriz de ferrita que foram formadas após o tratamento de recozimento intercrítico seguido de têmpera em água. Além disso, as amostras que foram tratadas acima de  $A_{c3}$ , ou seja, temperatura a  $840^{\circ}\text{C}$  mostraram uma estrutura formada somente por martensita, que pode ser chamada de aço martensítico. É importante ressaltar que o aumento da temperatura de austenitização intercrítica aumentou a fração volumétrica de martensita no aço.

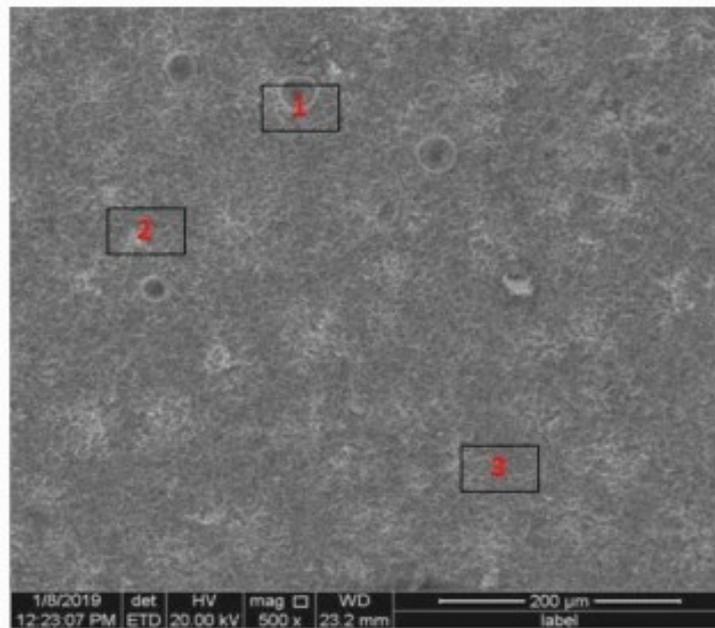
De acordo com Kumar *et al.*, (2019) o comportamento das amostras de aço com diferentes frações de ferrita e martensita em ambientes corrosivos é complexo. Seus resultados mostraram que o aço bifásico com 25 a 30% de frações volumétricas de martensita se comporta melhor do que o aço não tratado termicamente (ferrita-perlita). Entretanto, o aumento na fração volumétrica de martensita de 30 para 50% aumentou a taxa de corrosão. Os resultados da análise de polarização potenciodinâmica são mostrados na Figura 21. A análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS) de uma das amostras do aço bifásico corroído foi realizada e é mostrado na Figura 22.

Figura 21: Curvas de polarização potenciodinâmica de amostras não tratadas e tratadas termicamente em diferentes temperaturas.



Fonte: Adaptado de Kumar *et al.*, 2019.

Figura 22: Análise MEV-EDS da região corroída da amostra após ser submetida ao teste de polarização potenciodinâmica.



Fonte: Adaptado de Kumar *et al.*, 2019.

Kumar *et al.*, (2019), concluíram em sua pesquisa que é possível obter aço bifásico a partir de um aço com 0,16% de carbono, obtendo uma microestrutura composta por ferrita e martensita realizando tratamento térmico de têmpera em água na região intercrítica. Além disso, o aumento da temperatura de 760 para 880°C gerou um aumento na fração volumétrica de martensita de 32% para 100%. O comportamento mecânico foi influenciado diretamente pela fração volumétrica da martensita e também pelo teor de carbono da martensita na microestrutura. Os limites de escoamento e de resistência à tração do aço bifásico mostraram ser diretamente proporcionais à temperatura de tratamento térmico (à fração de martensita), por sua vez, o alongamento foi inversamente proporcional, pois sabe-se que o aumento da fração de martensita limita a capacidade de deformação plástica do material.

Os autores consideraram a temperatura de 760°C como ideal para obter uma boa relação entre limite de resistência à tração (UTS) e limite de escoamento (YS), além do aço ter apresentado um comportamento dúctil satisfatório (nessa temperatura o aço apresentou 32% de fração de martensita). Diferentemente do comportamento mecânico, o aumento da fração volumétrica de martensita no aço não está diretamente relacionado à sua resistência à corrosão. O mecanismo de corrosão em aços bifásicos depende do comportamento autocorrosivo das fases martensita e ferrita, assim como da ocorrência de corrosão galvânica entre elas.

Nadlène *et al.*, (2011) estudaram o efeito de diferentes frações volumétricas de ferrita e martensita e o comportamento em relação à corrosão e dureza em um aço bifásico. Para esse estudo foi utilizada uma amostra de aço baixo carbono, que passou pelo processo de laminação a quente tendo 20 mm de diâmetro, posteriormente essa amostra foi dividida em nove espécimes com 10 mm de comprimento. As temperaturas de recozimento intercrítico foram definidas entre  $Ac_1$  e  $Ac_3$ , sendo  $723^{\circ}C$  e  $815^{\circ}C$  respectivamente.

Nadlène *et al.*, (2011) avaliaram as nove amostras durante o processo de aquecimento para a formação da microestrutura martensítica, os espécimes foram aquecidos em forno durante 25 minutos e resfriado em água fria objetivando transformar perlita em martensita. Para realizar o teste de corrosão as amostras foram imersas em solução de NaCl 5% e avaliadas através do CMS 105<sup>TM</sup>DC, que é uma aplicação complementar do sistema CMS100<sup>TM</sup> para medição eletroquímica. As durezas das amostras foram determinadas através de ensaio pela metodologia Vickers.

Assim como Kumar *et al.*, (2019), Nadlène *et al.*, (2011), também observaram que a temperatura intercrítica influencia diretamente a fração volumétrica de martensita, ou seja, quanto maior a temperatura, maior será a porcentagem de martensita na microestrutura do aço bifásico. A Tabela 11 mostra o aumento da fração volumétrica de martensita com o aumento da temperatura.

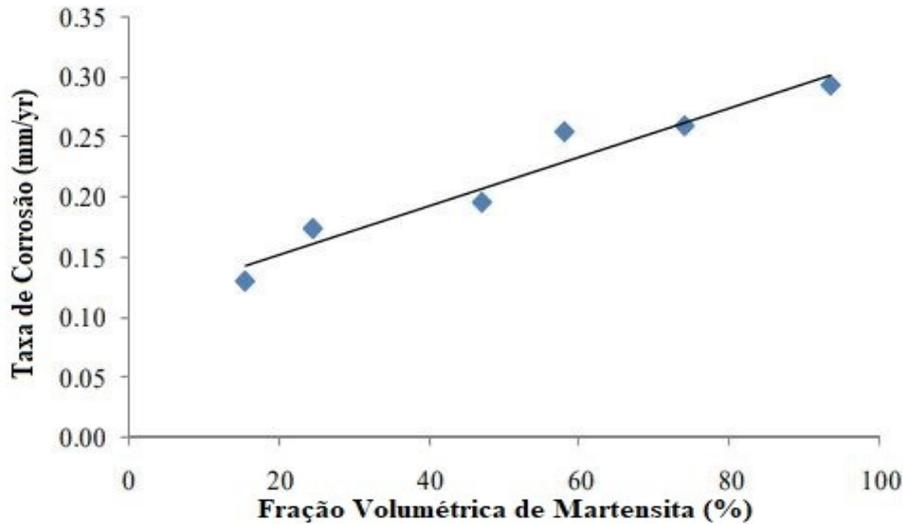
Tabela 11: Fração de volume da martensita de acordo com o aumento da temperatura.

<b>Amostras</b>	1	2	3	4	5	6	7	8	9
<b>Temperatura (<math>^{\circ}C</math>)</b>	720	732	744	756	768	780	972	804	816
<b>Fração de Volume da Martensita (%)</b>	0	15,45	24,5	47	58	63	74	84	93,45

Fonte: Adaptado de Nadlène *et al.*, 2011.

Conforme os resultados apresentados por Nadlène *et al.*, (2011), o aumento na quantidade de martensita devido ao aumento da temperatura intercrítica causa a diminuição da fração de ferrita, e devido a essa mudança na proporção dos constituintes há uma mudança na relação entre as áreas do cátodo e do ânodo, portanto o aumento da razão entre martensita (cátodo) para ferrita (ânodo) leva a um aumento na taxa de corrosão, isso se deve a variação na morfologia e distribuição dos constituintes. A Figura 23 esboça o quanto a taxa de corrosão é influenciada pela fração volumétrica das fases e também pela morfologia das mesmas, destacando que o aumento da quantidade de martensita eleva a taxa de corrosão no aço bifásico estudado por Nadlène *et al.*, (2011).

Figura 23: Taxa de corrosão versus fração volumétrica de martensita para o aço estudado por Nadlene *et al.*, (2011).



Fonte: Adaptado de Nadlene *et al.*, 2011.

Os ensaios de dureza Vickers realizados por Nadlene *et al.*, (2011) demonstraram que a dureza do aço bifásico aumenta à medida que a porcentagem de martensita aumenta. A dureza dos aços bifásicos é maior do que a dureza apresentada pela simples microestrutura ferrita-perlita de um aço baixo carbono. Além disso, os aços bifásicos apresentam melhores propriedades mecânicas devido a sua microestrutura ser composta por ferrita e martensita.

Nadlene *et al.*, (2011) concluíram com base nos resultados experimentais, que é possível obter um aço bifásico após o tratamento térmico de recozimento de um aço relativamente simples, baixo carbono composto por ferrita e perlita, aquecendo o material até a temperatura de 723°C e fazendo um resfriamento rápido em água. Ainda o aumento na porcentagem de martensita no aço bifásico levará a um aumento na taxa de corrosão, mostrando que a porcentagem de martensita é proporcional a taxa de corrosão isso porque a mudança relativa na fração das fases causam uma mudança na proporção de cátodo para áreas anódicas. Ademais, os aços bifásicos apresentam melhores propriedades mecânicas se comparados ao aço baixo carbono ferrita-perlita.

Sabendo que os aços bifásicos apresentam uma ótima combinação de propriedades mecânicas, é importante aprofundar os estudos para avaliar o desempenho dessa classe de aços em ambientes corrosivos, dessa forma Sarkar *et al.*, (2005) investigaram o comportamento em corrosão

de um aço bifásico em uma solução de NaCl 3,5% variando a quantidade e morfologia dos constituintes presentes após o recozimento intercrítico de um aço 0,2% C-Mn contendo vanádio.

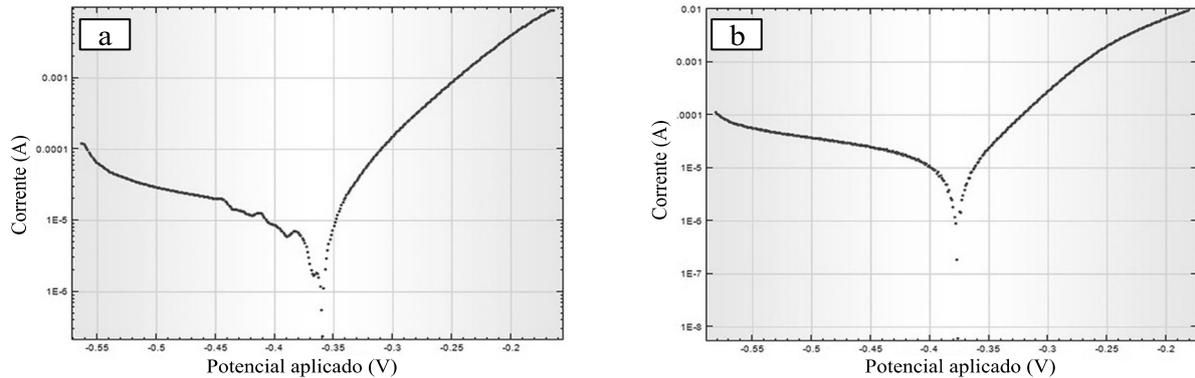
Sarkar *et al.*, (2005) utilizaram como amostra um aço microligado SAILMA 450H de grau comercial. O material estava em forma de placa laminada com espessura de 10 mm e apresentava uma microestrutura inicial composta por ferrita-perlita. As temperaturas intercríticas  $Ac_1$  e  $Ac_3$  foram estimadas em 723°C e 845°C respectivamente.

De acordo com Sarkar *et al.*, (2005), primeiramente as amostras foram normalizadas a 900°C em um forno do tipo mufla por aproximadamente uma hora, posteriormente as amostras foram submetidas a diferentes tratamentos térmicos, incluindo recozimento intercrítico. Após esse processo, as amostras foram polidas e atacadas em solução de nital 2% e observadas sob microscópio de luz refletida. As frações dos constituintes foram determinadas por meio de um analisador automático de imagens, a dureza Vickers foi analisada com carga de 5 kgf durante 15 segundos. Para avaliar a propensão do aço à corrosão, foi utilizada a técnica de polarização galvanostática em solução de NaCl 3,5%. Os comportamentos de polarização catódica e anódica das amostras foram estudadas no mesmo arranjo da célula eletroquímica, alterando a corrente em etapas (SARKAR *et al.*, 2005).

Após os experimentos Sarkar *et al.*, (2005) afirmaram que a taxa de corrosão em solução de NaCl 3,5% de aços bifásicos com estrutura ferrita-martensita depende da fração volumétrica e da morfologia dos constituintes. Além disso, o aumento da quantidade de martensita causa um efeito indesejável no comportamento em corrosão em aços bifásicos, Bhagavathi *et al.*, (2010) também relataram que a taxa de corrosão para aços bifásicos é inferior à do aço ferrita-perlita com tratamento térmico subcrítico. Os autores ainda observaram que a morfologia em ilha da martensita causa uma melhoria da resistência à corrosão.

Abedini *et al.*, (2019) avaliaram a resistência a corrosão em um aço bifásico, para isso, os autores preparam 3 corpos de prova de cada amostra, sendo que uma das superfícies de cada amostra foi polida e depois limpa com acetona, as outras superfícies foram revestidas com um material isolante. As amostras foram avaliadas pela técnica de polarização galvanostática, as amostras foram tratadas em solução de NaCl 3,5% com temperatura de 25°C. Após realizarem o teste de corrosão, as amostras foram observadas através do microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo XL300. A Figura 24 (a) indica o comportamento de polarização potenciodinâmica para amostras do aço bifásico e a Figura 24 (b) indica o aço como recebido em solução de NaCl a 3,5%.

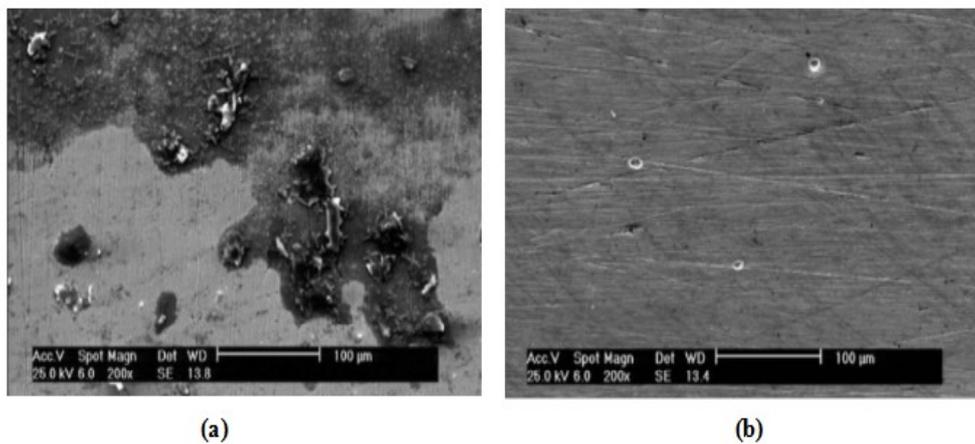
Figura 24: Curvas de polarização potenciodinâmica do aço estudado por Abedini et al., (2019).



Fonte: Adaptado de Abedini *et al.*, 2019.

Segundo Abedini *et al.*, (2019) a densidade da corrente de corrosão dos aços bifásicos é menor do que para o aço recebido, o par galvânico entre ferrita e martensita é mais fraco do que entre ferrita e perlita devido a composição química e microestrutura. Como é mostrado na Figura 25 (a) e Figura 25 (b) e já relatado acima, a superfície corroída da amostra, conforme recebida é maior do que a dos aços bifásicos.

Figura 25: Micrografias (MEV) das amostras corroídas após teste de polarização potenciodinâmica.

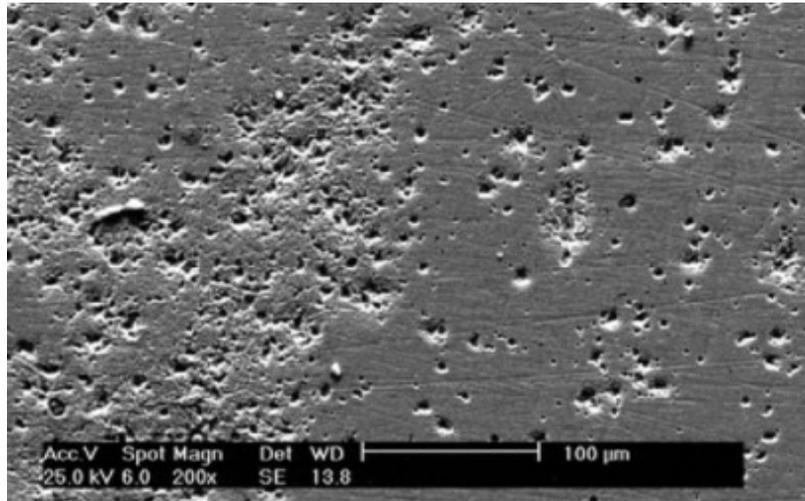


Fonte: Adaptado de Abedini *et al.*, 2019.

Os estudos de Abedini *et al.*, (2019), concluíram que a menor taxa de corrosão é observada para aços bifásicos em comparação com o aço recebido. Além disso, pode ser observado na Figura 26 que ao aumentar a fração volumétrica de martensita, a gravidade da corrosão é maior em relação à frequência e à profundidade das cavidades, isso acontece devido à mudança relativa na quantidade dos constituintes, ocorrendo uma mudança na razão entre as áreas do cátodo e do ânodo. Se a fração

volumétrica de martensita (cátodo) aumenta, a área desfavorável entre o cátodo e o ânodo aumenta e isso leva à maior taxa de corrosão dos aços bifásicos com maior fração volumétrica de martensita em comparação com aqueles com menor fração volumétrica de martensita.

Figura 26: Micrografia (MEV) da amostra corroída com alta fração volumétrica de martensita após teste de polarização potenciodinâmica.



Fonte: Adaptado de Abedini *et al.*, 2019.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Materiais

O material estudado neste trabalho consiste em um aço ARBL com composição química projetada para atender à classe API 5CT grau K55 para aplicação na indústria de óleo e gás, conforme especificação ilustrada na Tabela 1. As amostras foram coletadas a partir do material apenas como laminado e resfriado ao ar. Os procedimentos de amostragem foram na última região do tubo laminado, conforme ilustra a Figura 27 (a). As amostras de aço utilizadas neste trabalho foram retiradas de um tubo de aço sem costura com diâmetro externo de 339,60 mm e espessura de parede de 15,88 mm, conforme ilustra a Figura 27 (b), laminado pelo Processo *Mannesman*. Uma amostra global com 400 mm de extensão foi coletada e, a partir dela, todos os corpos de prova utilizados neste trabalho foram usinados.

Figura 27: Desenho esquemático ilustrando as regiões e dimensões de amostragem do estado de entrega a partir de um tubo de aço sem costura laminado e resfriado ao ar (a) seção longitudinal; (b) seção transversal.



Fonte: Do Autor (2021).

## 3.2 Caracterização do Estado de Entrega

### 3.2.1 Análise Química

Com o objetivo de se determinar a composição química do aço estudado, uma amostra representativa do tubo foi submetida a procedimentos de desbaste em lixa de alumina grão 220# e, em seguida, às análises químicas foram feitas por meio da utilização da técnica de espectrometria de emissão óptica. O equipamento utilizado nesta etapa foi um espectrômetro da fabricante Oxford Instruments, modelo Foundry – Master Xpert. Os ensaios foram realizados em triplicata e os valores médios das concentrações dos elementos C, Mn, P, S, Si, Ni, Cr, Mo, Al, V, B e Ti foram determinados.

### 3.2.2 Análise Microestrutural

Para a caracterização microestrutural do aço em seu estado de entrega, uma mostra representativa teve a sua seção transversal retirada da parede do tubo de aço sem costura, e passou por procedimentos de preparação metalográfica recomendados pela norma ASTM E3-11 (2017). Esses procedimentos foram executados no Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia

Óptica (LTM) do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais (DEMET), da Escola de Minas (EM) da Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP).

A primeira etapa da preparação metalográfica consistiu no corte refrigerado da amostra e seleção da superfície a ser analisada. O corte foi realizado em uma cortadeira de bancada da AROTEC com refrigeração feita por óleo solúvel em água. Em seguida, a superfície a ser analisada foi submetida a procedimentos de desbaste em uma lixadeira elétrica Duomet Belt Surfacer da fabricante Buehler com lixa grão 100#. Na sequência, a amostra foi então manualmente lixada em lixas de carboneto de silício com granulometrias 220#, 320#, 400#, 600# e 1200#. Após a etapa de lixamento, a amostra foi polida inicialmente com uma suspensão de alumina de 1 $\mu$ m, e posteriormente, com pasta de diamante de 1 $\mu$ m e 0,25 $\mu$ m. As etapas de polimento foram executadas em politrizes Aropol 2V-PU da AROTEC.

Após a preparação superficial, a amostra foi atacada com o reativo Nital 4% por aproximadamente 10 s e sua microestrutura foi caracterizada por microscopia óptica por meio da utilização do equipamento LEICA DM2700M. Imagens da microestrutura foram capturadas por meio da utilização de uma câmera LEICA MC170HD. O método das áreas de metalografia quantitativa foi realizado seguindo os padrões recomendados pelas normas ASTM E1245 e ASTM E562, foram determinadas as frações de ferrita primária (fase com contraste claro) e de perlita (constituente com contraste escuro) na amostra em seu estado de entrega com auxílio do *software* ImageJ. As frações médias dos constituintes foram determinadas a partir da quantificação que foi feita em cinco campos representativos para cada imagem com ampliação de 200X.

### 3.2.3 Ensaio de Microdureza Vickers

A amostra no seu estado de entrega foi submetida a ensaios de microdureza Vickers em sua seção transversal no equipamento PANTEC, modelo HXD 1000TM, seguindo a norma ASTM E92-17. Nesta amostra, dez medições aleatórias foram realizadas com carga de 1000 g e tempo de aplicação de cinco segundos. A microdureza da amostra foi considerada como a média aritmética das dez medições realizadas.

As medidas de dureza do estado de entrega foram utilizadas como referência de propriedades mecânicas do material para posterior comparação com os corpos de prova de dilatometria termicamente tratados nas condições avaliadas nesse estudo.

### 3.3 Simulação Termodinâmica Computacional

Com objetivo de se determinar a estabilidade relativa das fases que se formam na condição de equilíbrio, foi realizada uma simulação termodinâmica computacional. O *software* MatCalc® foi utilizado para a construção dos diagramas de fase no equilíbrio. A composição química do aço foi usada como dado de entrada no sistema de análise, e a versão da base de dados utilizada foi do tipo mc\_fe\_v2.057.tdb. Esta avaliação foi necessária para que, a posteriori, fosse possível comparar as temperaturas críticas de transformação de fases no equilíbrio,  $A_1$  e  $A_3$ , com aquelas fora do equilíbrio,  $Ac_1$  e  $Ac_3$ , medidas por dilatometria. Além disso, buscou-se avaliar e relacionar a evolução da concentração de carbono na austenita em função da temperatura de austenitização intercrítica no equilíbrio.

### 3.4 Determinação do Diagrama TRC

Amostras representativas do aço estudado foram usinadas como cilindros maciços com 3 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento para a realização de ensaios de dilatometria para determinação experimental do diagrama TRC do aço. Os corpos de prova de dilatometria foram usinados com sua altura alinhada com a direção de laminação do tubo sem costura. A Figura 28 apresenta uma fotografia de um corpo de prova de dilatometria, onde é possível observar um termopar do tipo K soldado à sua superfície.

Figura 28: Fotografia de um corpo de prova de dilatometria com um termopar do tipo K soldado em sua superfície.



Fonte: Do Autor (2021).

Todas as amostras do aço submetidas aos ensaios de dilatométrica foram aquecidas a uma taxa constante de 5°C/s até a temperatura de austenitização de 950°C, permanecendo nela por 30 s. As amostras completamente austenitizadas foram resfriadas sob fluxo contínuo de gás hélio em diferentes taxas de resfriamento, sendo elas: 200°C/s; 100°C/s; 75°C/s; 50°C/s; 25°C/s; 15°C/s; 10°C/s; 7,5°C/s; 5°C/s; 2,5°C/s; 1°C/s e 0,5°C/s até a temperatura ambiente. Após a realização dos ensaios, os dados de dilatométrica foram tratados, por meio do método dos desvios mínimos, o diagrama TRC do aço estudado foi determinado. O *software OriginPro 9.0* foi utilizado nesta etapa da pesquisa. Destaca-se ainda que os ensaios de dilatométrica foram realizados em um dilatômetro de têmpera R.I.T.A. L78 da fabricante LINSEIS no Laboratório de Tratamentos Térmicos e Microscopia Óptica (LTM).

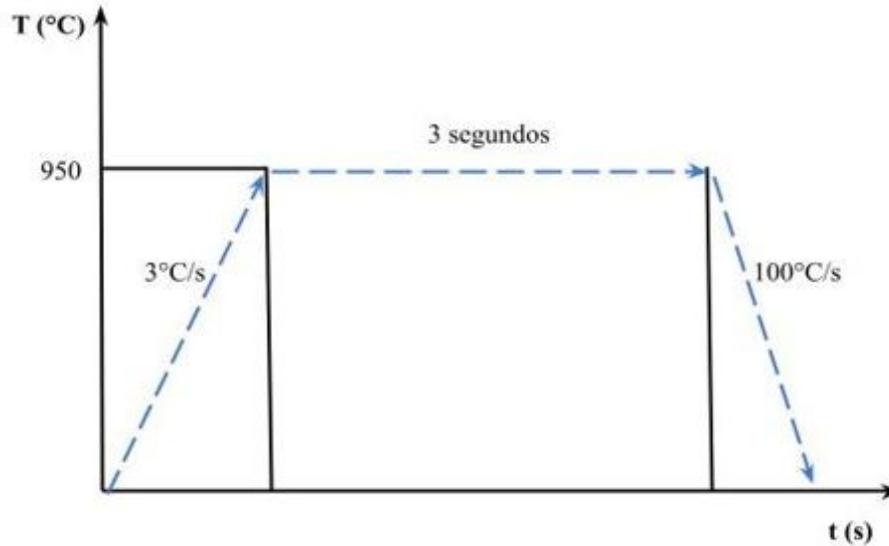
As amostras de dilatométrica foram submetidas às taxas de resfriamento de 100°C/s, 10°C/s, 5°C/s e 1°C/s também passaram pelo mesmo processo de preparação metalográfica já descrito para o estado de entrega e foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Estas taxas foram as escolhidas para verificação e confirmação dos microconstituintes formados em cada região dos diagramas TRC. Nesta etapa do projeto, o MEV TESCAN VEGA 3 do NanoLab foi utilizado.

### **3.4.1 Determinação das Temperaturas críticas $Ac_1$ e $Ac_3$**

Assim como descrito no procedimento de determinação do diagrama TRC, amostras representativas do aço estudado foram usinadas como cilindros maciços com 3 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento para a realização de ensaios de dilatométrica para determinação experimental das temperaturas  $Ac_1$  e  $Ac_3$ . Os ensaios de dilatométrica foram realizados em um Dilatômetro de Têmpera modelo R.I.T.A. L78 da LINSEIS.

O procedimento adotado para essa determinação consistiu no aquecimento das amostras até a temperatura de 950°C com uma taxa de aquecimento de 3°C/s e tempo de encharque de 3 segundos e resfriamento a 100°C/s até a temperatura ambiente, como ilustra a Figura 29.

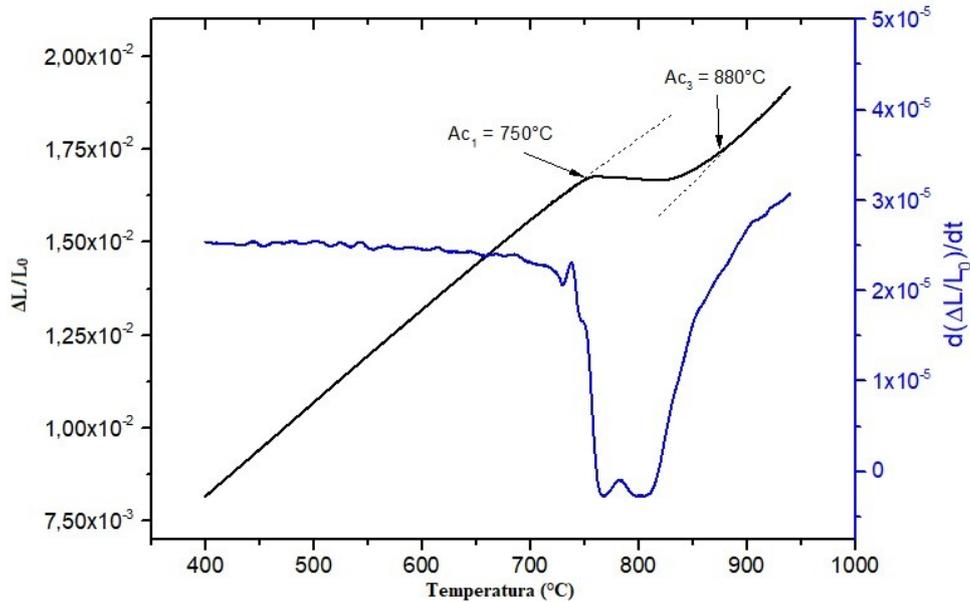
Figura 29: Ciclo térmico experimental para determinar  $Ac_1$  e  $Ac_3$  por dilatometria.



Fonte: Do Autor (2021).

Finalizado o tratamento térmico inicial, os dados de dilatometria foram tratados com o auxílio do *software Origin 9.0* e as temperaturas críticas foram definidas utilizando um método de referência e um auxiliar, sendo a referência o método dos desvios mínimos, que consiste em prolongar os trechos retos relativos às regiões de expansão, no caso do aquecimento (DE ANDRES *et al.*, 2002) e, como auxílio, o método da derivada, definido como a temperatura na qual a curva da derivada começa a se desviar da linearidade (PAWŁOWSKI, B.; BAŁA, P.; DZIURKA, R., 2014), conforme ilustrado na Figura 30. Este procedimento foi realizado em triplicata e determinou os valores  $Ac_1$  e  $Ac_3$  como as médias aritméticas dos resultados obtidos a partir dos 3 ensaios.

Figura 30: Exemplificação da determinação das temperaturas críticas  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$  pelo método do desvio mínimo.



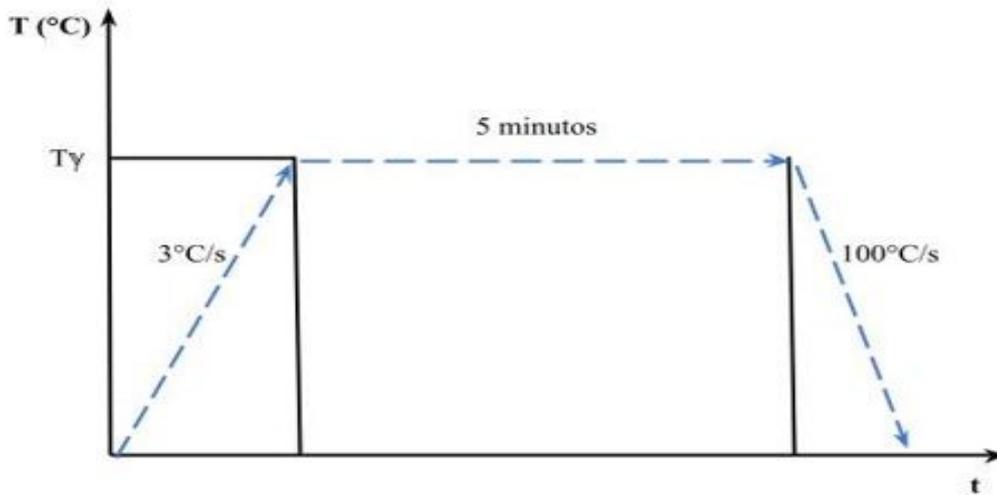
Fonte: Do Autor (2021).

### 3.4.2 Caracterização da Transformação Martensítica

Baseando-se no diagrama TRC do aço estudado e nas temperaturas críticas  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$  que foram determinadas por dilatomia no estado fora do equilíbrio, foram definidas oito temperaturas de austenitização ( $T_{\gamma}$ ) compreendidas no campo intercrítico e três já no estado de austenitização completa, para avaliar o efeito dessa temperatura sobre o começo e final da transformação martensítica. As temperaturas escolhidas para o campo intercrítico fora do equilíbrio foram 750°C, 770°C, 780°C, 790°C, 820°C, 850°C e 880°C, já as temperaturas supercríticas foram 950°C, 1100°C e 1200°C.

O ciclo térmico deste procedimento consistiu no aquecimento contínuo das amostras a 3°C/s até a temperatura  $T_{\gamma}$ , mantidas por 5 minutos e foram resfriadas sob uma taxa de 100°C/s para garantir com segurança que toda austenita formada se transformaria apenas em martensita. A Figura 31 mostra esquematicamente o ciclo térmico adotado para avaliação da transformação martensítica.

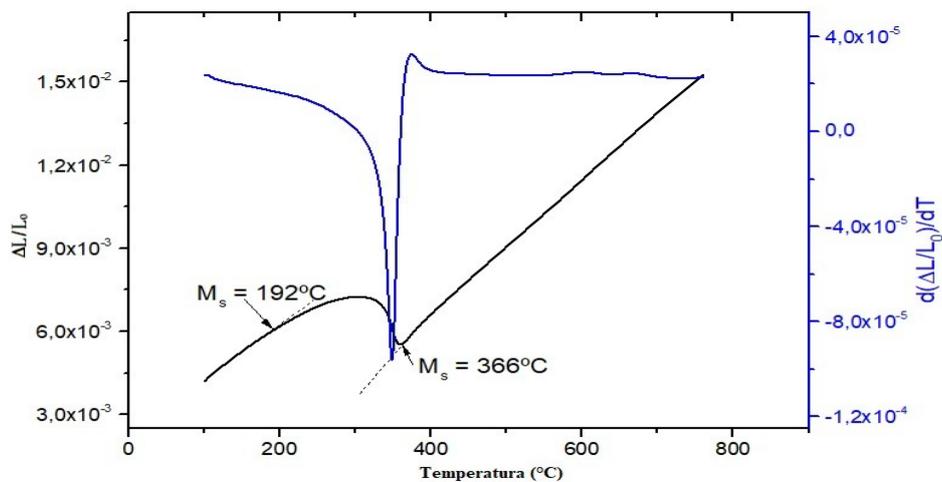
Figura 31: Ciclo térmico esquemático para avaliação da transformação martensítica.



Fonte: Do Autor (2021).

A partir dos dados que foram obtidos por dilatometria foi determinado pelo método do desvio mínimo os valores de  $M_s$  e  $M_f$  para cada  $T_\gamma$  definido, como mostrado, a título de ilustração, na Figura 32. Para avaliar a fração de martensita em função da temperatura, foi utilizado o método da Regra da Alavanca, que permitiu avaliar a quantidade relativa de cada componente presente na mistura, aplicada à curva dilatométrica (BHADESHIA, 1992), como mostrado na Equação 1, onde  $\varepsilon$  é o valor de  $\Delta L/L_0$  medido graficamente, como apresentado na Figura 33.

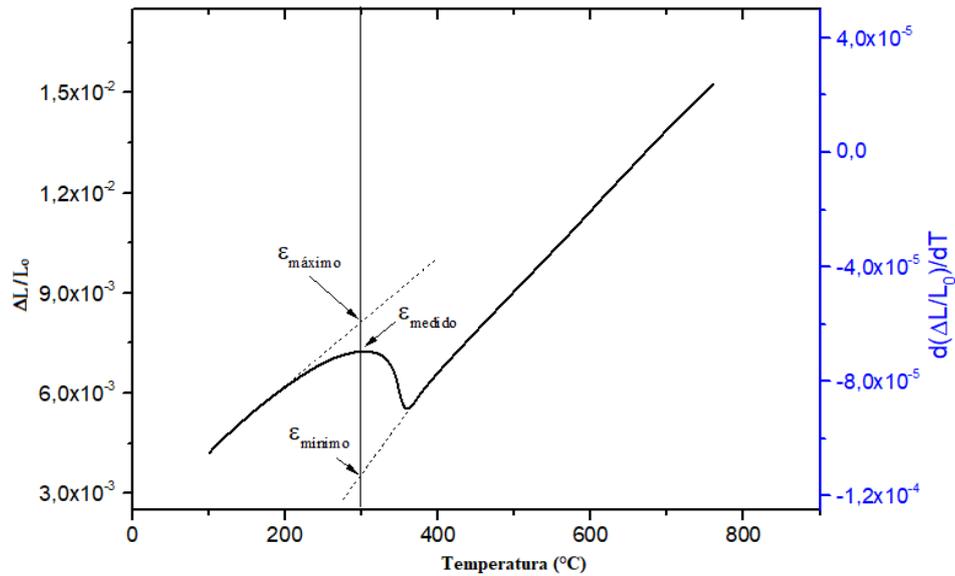
Figura 32: Determinação de  $M_s$  e  $M_f$  pelo método dos desvios mínimos.



Fonte: Do Autor (2021).

$$\text{Fração de martensita} = \frac{(\varepsilon_{\text{medido}} - \varepsilon_{\text{mínimo}})}{(\varepsilon_{\text{máximo}} - \varepsilon_{\text{mínimo}})} \quad (1)$$

Figura 33: Determinação dos parâmetros da Regra da Alavanca.



Fonte: Do Autor (2021).

Para fins de comparação, foram utilizados modelos matemáticos empíricos descritos na literatura técnica para determinar os valores de  $M_s$  das amostras submetidas às diferentes temperaturas de austenitização. O objetivo desta etapa foi avaliar se os modelos testados poderiam ser utilizados como boas ferramentas de previsibilidade da cinética de transformação martensítica no aço estudado. Existem vários modelos matemáticos de previsão da cinética de transformação atérmica da martensita na literatura (LEE, S.J; LEE Y.K, 2008), mas o modelo proposto por Koistinen e Marburger (Equação 2) foi o escolhido para esta avaliação. Este modelo relaciona a fração molar, ou mássica, de martensita quando a austenita é submetida a um dado superresfriamento ( $M_s - T$ ) abaixo da temperatura  $M_s$  (KOISTINER, D. P.; MARBURGUER, R. E., 1959).

$$\text{Fração de martensita} = 1 - \text{EXP}[\alpha(M_s - T)] \quad (2)$$

Apesar da fração mássica da martensita prevista pela Equação 2 aumentar exponencialmente em um formato próximo a um “C”, diferentes variações desta curva foram observadas em ensaios

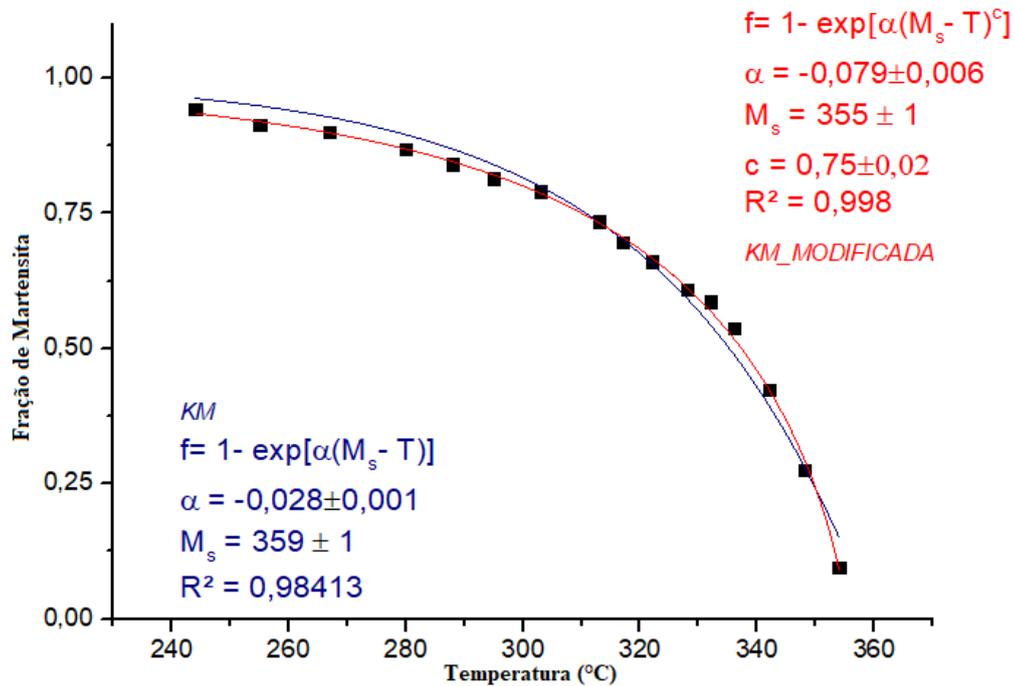
de dilatométrica em aços baixa liga (LEE, S. J; LEE Y. K., 2004). Desta forma Lee e Van Tyne (2012) propuseram outro modelo cinético para a previsão da fração volumétrica de martensita apresentado pela Equação 3. Onde expoente  $c$  é uma constante de ajuste.

$$\text{Fração de martensita} = 1 - \text{EXP}[\alpha(M_s - T)^c] \quad (3)$$

O formato sigmoidal desta curva indica que a transformação martensítica se conclui com menor super-resfriamento (ou seja, em temperaturas mais altas). Este modelo aperfeiçoa o proposto por Koistinen e Marburger com uma função que representa melhor a taxa de transformação da austenita para a martensita, principalmente em estágios iniciais (LEE, S. J; VAN TYNE, C. J., 2012).

Buscando ajustar os modelos acima mencionados aos dados experimentais previamente obtidos pela regra da alavanca, e então se determinar as constantes de ajuste não linear  $\alpha$ ,  $M_s$  e  $c$ , foram construídos gráficos Fração de Martensita versus Temperatura para todos os valores de  $T_\gamma$ . No *software Origin* foram realizadas regressões não lineares, priorizando valores de  $M_s$  menores que os observados pelo método do desvio mínimo e, finalmente foram determinadas as constantes de previsibilidade, ressalta-se novamente que todos os valores de  $M_s$  que foram obtidos foram submetidos a uma taxa de resfriamento de 100°C/s. A Figura 34 mostra um exemplo de aplicação dos modelamentos a partir dos resultados de fração de martensita em função da temperatura.

Figura 34: Exemplo de ajustes não lineares dos modelos Koistinen-Marburger e Koistinen-Marburger modificado obtidos a partir da curva Fração de Martensita versus Temperatura.



Fonte: Do Autor (2021).

De acordo com estudos sobre essas equações, os parâmetros  $\alpha$  e  $c$  dependem dos valores de temperatura de início da transformação martensítica (EPP; HIRSCH; CURFS, 2012). Para modelar matematicamente a cinética da transformação, os parâmetros foram ajustados para melhor correlação com os valores de  $M_s$  obtidos pelo método de desvio mínimo. A partir dos valores de início da transformação martensítica obtidos por dilatométrica e previstos empiricamente foi determinado um comparativo  $M_s$  versus temperatura de austenitização ( $T_\gamma$ ).

### 3.4.3 Efeito da Temperatura de Austenitização sobre as Temperaturas $M_s$ e $M_f$

Sabe-se que a temperatura de início da transformação martensítica ( $M_s$ ) é influenciada pelo tamanho de grão austenítico (ANDREWS, 1965) e taxa de resfriamento. Desta forma, para compreender o efeito da temperatura de austenitização sobre as temperaturas de início e final da transformação martensítica na condição de resfriamento de  $100^\circ\text{C/s}$ , foi determinado um gráfico Temperatura Crítica versus Temperatura de Austenitização no *software Origin* por meio de um ajuste exponencial foram determinados os parâmetros que melhor se ajustaram a Equação 4. Para as regiões que apresentaram linearidade, foi determinado um ajuste linear.

$$M_{s,f} = Y_o + A \cdot EXP(R_o \cdot T\gamma) \quad (4)$$

Para compreender melhor a influência da austenitização intercrítica seguida de têmpera, simultaneamente sobre  $M_s$  e sobre a fração de ferrita formada, foi determinado um gráfico duplo Y onde o domínio foi definido por  $T\gamma$  compreendido entre  $Ac_1$  e  $Ac_3$ . Uma das ordenadas,  $M_s$ , consistiu nos valores medidos por dilatométrica para este parâmetro. A outra ordenada, fração de ferrita, foi obtida a partir da utilização de metalografia quantitativa nas amostras que foram ensaiadas por dilatométrica.

Como o material estudado, após tratamento de austenitização intercrítica seguido de têmpera, trata-se de um aço *Dual Phase* constituído de ferrita próeutetoide e martensita, foi possível determinar a fração de martensita pela Equação 5.

$$\text{Fração de Ferrita} = 1 - \text{Fração de Martensita} \quad (5)$$

### 3.4.4 Efeito da Temperatura de Austenitização sobre a Cinética de Transformação

#### Martensítica

Com o objetivo de melhorar o entendimento da cinética de transformação martensítica, foi determinada a velocidade (taxa) de transformação martensítica para cada temperatura de austenitização compreendida entre  $Ac_1$  e  $Ac_3$  em função da temperatura durante o resfriamento contínuo a  $100^\circ\text{C/s}$ . Para isso, foi calculado a derivada temporal da fração volumétrica da martensita ( $df/dt$ ) (GAO *et al.*, 2012) para as diferentes condições de austenitização no campo intercrítico e finalmente, foi determinado um gráfico Velocidade de Transformação Martensítica versus Temperatura.

O procedimento descrito acima, considera apenas a parcela de austenita disponível na microestrutura das amostras bifásicas se transformando em martensita. Assim sendo, inicialmente, a cinética de transformação foi avaliada considerando somente a evolução da austenita disponível, com a fração de martensita variando, portanto, de 0 a 1, onde 1 expressa que 100% da austenita disponível na microestrutura se transformaria totalmente na fase produto (martensita). Posteriormente, foi realizada uma correção dos dados da regra da alavanca com o intuito de se obter

as frações reais de martensita formada em cada condição de austenitização avaliada. Sendo assim, os dados de fração de martensita provenientes da regra da alavanca de cada amostra foram multiplicados pelo valor real da fração de martensita obtida pela metalografia quantitativa após a realização dos tratamentos térmicos.

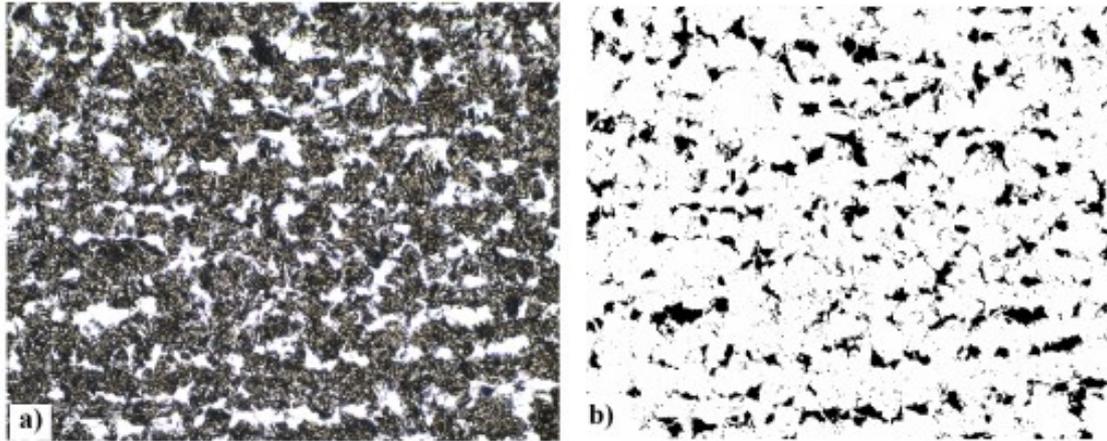
### 3.4.5 Caracterização dos Corpos de Prova de Dilatometria

Executados todos os procedimentos experimentais de dilatometria, as amostras tratadas termicamente foram submetidas a uma caracterização microestrutural. Nesta etapa, inicialmente, os corpos de prova de dilatometria foram cortados ao meio para a preparação metalográfica da sua seção transversal. Este corte foi realizado de modo refrigerado utilizando-se uma máquina de corte de precisão modelo CPT-25 da Teclago equipada com disco diamantado. Em seguida, cada amostra foi submetida aos mesmos procedimentos de preparação metalográfica realizado para o aço em seu estado de entrega, seguindo as etapas convencionais de desbaste, lixamento e polimento, conforme recomendado pela norma ASTM E3-11 (2017).

Buscando revelar as características microestruturais da ferrita e da martensita, todas as amostras foram atacadas com Nital 4% por aproximadamente 10 s e observadas em um microscópio óptico LEICA DM2700M. Deve-se destacar também que para cada amostra resultante dos tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica, técnicas de metalografia quantitativa foram empregadas para a determinação das frações volumétricas de ferrita e martensita. Para este fim, foram adquiridas cinco imagens de microscopia óptica com ampliação de 200X a partir de regiões distintas de cada uma das amostras.

Assim como foi realizado para o estado de entrega, o método das áreas de metalografia quantitativa seguindo os padrões recomendados pelas normas ASTM E1245 e ASTM E562 foi empregado e determinou-se as frações de ferrita, martensita e eventuais carbonetos em cada uma das amostras submetidas a condição de austenitização intercrítica por meio do *software ImageJ*. A Figura 35 (a) mostra um exemplo de microestrutura obtida após uma têmpera com austenitização intercrítica e a Figura 35 (b) mostra a fração de ferrita já quantificada pelo *software ImageJ*.

Figura 35: Microestrutura bifásica de uma amostra submetida ao tratamento térmico de austenitização intercrítica seguida de tempera obtidos por a) Microscopia óptica e b) ImageJ.



Fonte:Do Autor (2021).

Para tentar avaliar a relação do tamanho de grão austenítico com a temperatura de início da transformação da martensita, as amostras submetidas às condições de austenitização completa e temperadas foram metalograficamente preparadas seguindo as recomendações da norma ASTM E3-11. As amostras foram atacadas com Teepol, constituído de 3 g de ácido pícrico, 1,5ml de HCl, 10 gotas de detergente neutro e 240ml de água destilada. O tempo médio de ataque foi de 5 minutos.

O tamanho de grão austenítico tem uma grande influência sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas dos aços. Neste contexto, o desenvolvimento e a aplicação de técnicas que permitam quantificar com precisão o tamanho de grão austenítico têm importância nos estudos metalúrgicos (MOTODA, 1983; COTA 2002; CARVALHO, 2007; KHLUSOVA, 2007; GOLANSKI, 2008; HEINZE, 2013).

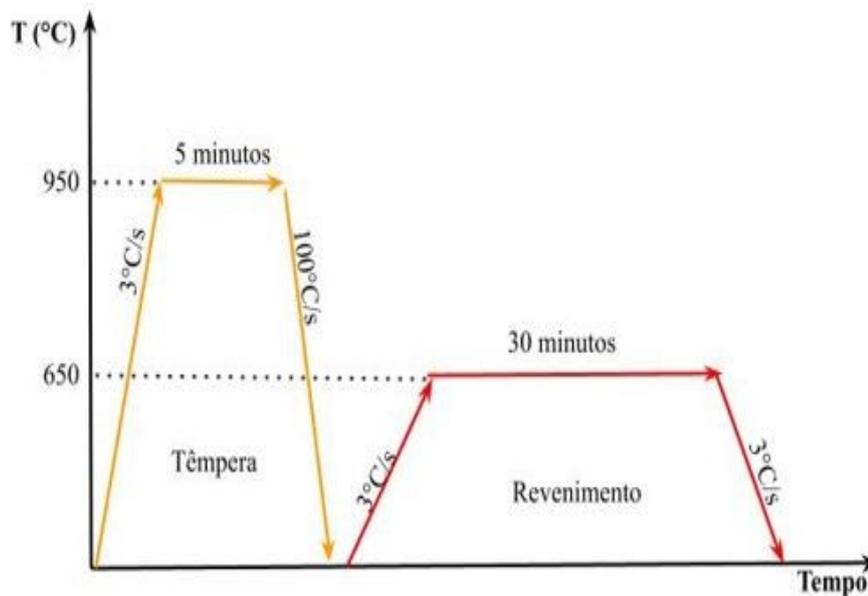
Sendo assim, para avaliar quantitativamente o tamanho médio de grão austenítico de cada uma das amostras foi utilizado o Método dos Interceptos, normatizado pela American Society for Testing and Materials – Métodos para determinação do tamanho de grão médio (ASTM E112, 2013). Com a utilização do software LAS 4.6, foram desenhados cinco segmentos de reta em regiões diferentes de cada imagem adquirida. A fim de tornar as medições representativas, 5 campos diferentes foram considerados para cada amostra. Neste contexto, para se obter o tamanho médio de grão austenítico, foi calculado o valor médio obtido a partir da aplicação de 25 linhas teste para cada uma das amostras.

### 3.4.6 Simulação de um Tratamento Térmico de Têmpera e Revenimento por Dilatometria

Nessa etapa, uma amostra foi submetida a uma simulação de tratamento térmico de têmpera e revenimento em condições usualmente empregadas na indústria para o aço em questão, o ciclo térmico consistiu no aquecimento da amostra até a temperatura de 950°C com uma taxa de aquecimento de 3°C/s e tempo de encharque de 5 minutos, seguido de um resfriamento acelerado a 100°C/s até a temperatura ambiente e revenido a 650°C por 30 minutos, sendo finalmente resfriado a uma taxa constante de 3°C/s até a temperatura ambiente, conforme ilustrado esquematicamente na Figura 36.

A amostra submetida a este ciclo teve sua secção transversal metalograficamente preparada e atacada. Sua microestrutura foi caracterizada por meio da utilização de técnicas de microscopia óptica já descritas anteriormente. Ensaios de microdureza Vickers foram executados e os resultados obtidos nessa etapa foram comparados com os obtidos na etapa de simulação de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercítica.

Figura 36: Representação esquemática do ciclo térmico de têmpera e revenimento simulando uma condição usualmente empregada industrialmente para o aço estudado.



Fonte: Do Autor (2021).

### 3.5 Desempenho Mecânico em Tração e Corrosão de uma Condição Promissora de Têmpera com Austenitização Intercrítica

Com base nos resultados obtidos nas etapas anteriores deste estudo, foi possível comparar, por meio da caracterização microestrutural e de microdureza, qual foi a condição de austenitização intercrítica mais promissora para se alcançar maior resistência mecânica sem significativo prejuízo à ductilidade, em relação à condição submetida ao tratamento térmico de têmpera e revenimento usualmente empregado pela indústria neste aço. Assim sendo, esta condição promissora de têmpera com austenitização intercrítica foi reproduzida em corpos de prova de tração padronizados em um forno tubular do tipo *Chervernart*. Para fins de comparação outras três condições também foram consideradas: a) um conjunto de corpos de prova de tração foi ensaiado com o aço apenas como laminado (estado de entrega); b) um conjunto de corpos de prova de tração foi submetido à condição de referência industrial, ou seja, têmpera com austenitização completa a 950°C seguida de revenimento de 30 min. a 650°C; c) finalmente um conjunto de corpos de prova de tração foi submetido à mesma condição promissora de têmpera com austenitização intercrítica, mas posteriormente foi revenido a 600°C durante 10 min. A Tabela 12 resume as condições de tratamentos térmicos que foram avaliadas nesta etapa do estudo.

Entretanto, como já mostrado na Revisão Bibliográfica, em microestruturas bifásicas, os constituintes presentes, assim como as suas frações, exercem significativa influência sobre o desempenho em corrosão do material. Neste contexto, as mesmas condições avaliadas em tração (Tabela 2), também foram reproduzidas em corpos de prova retangulares para a realização de ensaios de corrosão. Maiores detalhamentos a respeito das condições experimentais utilizadas nos ensaios de tração e corrosão são descritos a seguir.

Tabela 12: Condições de tratamentos térmicos das amostras que serão avaliadas em relação ao desempenho mecânico em tração e corrosão.

Condição	Descrição
Como Laminado – Estado de Entrega	Corpos de prova usinados a partir do aço no estado de entrega.
Tratamento 1	Têmpera em água à temperatura ambiente, com austenitização completa a 950°C, seguida de revenimento de 30 min. a 650°C (condição usualmente praticada pela indústria).
Tratamento 2	Têmpera em água à temperatura ambiente com austenitização intercrítica na temperatura $T_{\gamma}$ selecionada.
Tratamento 3	Têmpera em água à temperatura ambiente com austenitização intercrítica na temperatura $T_{\gamma}$ selecionada, seguida de revenimento de 10 min. a 600°C.

Fonte: Do Autor (2021).

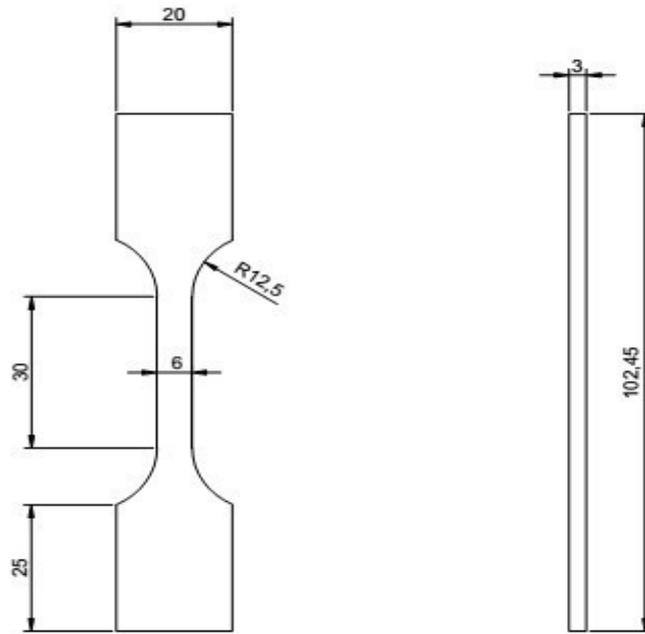
### 3.5.1 Ensaios de Tração

Os ensaios de tração foram realizados nas amostras tratadas termicamente para determinar a curva de tensão *versus* deformação das condições de tratamento térmico avaliadas, a fim de se obter propriedades mecânicas do material como o limite de escoamento, o limite de resistência e o alongamento total em função de cada tratamento térmico. Os ensaios foram executados de acordo com a Norma ASTM E8/E8M – 21, em triplicata para todas as condições, realizando-se as médias aritméticas dos valores, posteriormente.

Os ensaios foram realizados à temperatura ambiente no Laboratório de Ensaios Mecânicos do Instituto Federal de Minas Gerais – IFMG – Campus Ouro Preto. Foi utilizada uma máquina universal de ensaios da marca Time Group, Modelo WDW-200, com capacidade de 10 toneladas. Os ensaios foram realizados com uma taxa de deformação de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Os corpos de prova foram retirados na direção longitudinal em relação ao sentido de laminação do tubo. A geometria dos corpos de prova, bem como as suas dimensões estão apresentadas na Figura 37, em milímetros.

Figura 37: Geometria e dimensões (em mm) dos corpos de prova utilizados para o ensaio de tração.



Fonte: Autor, 2021.

### 3.5.2 Ensaio de Corrosão

Para avaliação comparativa do desempenho em corrosão das condições apresentadas na Tabela 5, curvas de polarização anódica potenciodinâmica foram determinadas. Para este fim, amostras retangulares (aproximadamente 1 cm x 1 cm) termicamente tratadas foram submetidas a procedimentos padronizados de preparação metalográfica conforme recomenda a norma ASTM E3. Uma das faces de cada amostra foi preparada até a etapa de polimento em pasta de diamante de  $0,25\mu\text{m}$  e, em seguida, foi higienizada com acetona.

Uma vez que as amostras estavam devidamente preparadas, elas foram montadas como eletrodo de trabalho em um béquer com solução de pureza analítica (P.A.) de cloreto de sódio com 3,5% m/v de NaCl. Compondo a célula eletroquímica, foram utilizados ainda um eletrodo Ag/AgCl como referência e um eletrodo de platina como contra-eletrodo. Os ensaios de polarização foram realizados em triplicata com uma velocidade de varredura de  $0,167\text{mV/s}$  (ASTM G5). Os ensaios foram realizados no Laboratório de Corrosão e Eletroquímica Aplicada – Departamento de Química – ICEB II – UFOP.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Caracterização do Estado de Entrega

#### 4.1.1 Caracterização Química

A Tabela 13 apresenta a composição química do aço estudado neste trabalho. Pode-se observar que se trata de um aço baixo carbono com adição de Mn, Cr, Mo e B. Esta composição química atende aos requisitos químicos do grau K55 especificado pela norma API 5CT. Esta norma, em termos de especificação química, limita apenas os teores máximos de S e P em, respectivamente, 0,03 e 0,03. Quanto aos demais elementos, a norma deixa à escolha dos fabricantes de forma que, após fabricado, o tubo atenda aos requisitos de propriedades mecânicas do grau desejado (API 5CT, 2011).

Tabela 13: Composição química do aço estudado no presente trabalho (% em peso).

C	Mn	P	S	Si	Ni	Cr	Mo	Al	V	B	Ti
0,25	1,02	0,011	0,002	0,21	0,05	0,032	0,032	0,028	0,0046	0,0014	0,03

Fonte: Do Autor (2021).

Ao se observar a composição química apresentada na Tabela 13, verifica-se uma adição de 1,02%Mn, valor este, acima do usual em aços comuns (0,6-0,8%). Percebe-se ainda a adição significativa de B. Mesmo considerando o baixo teor de C, estas adições de Mn e B aumentam a temperabilidade do aço estudado, tornando-o uma opção para ser comercializado como temperado e revenido. O Mn é um elemento substitucional  $\gamma$ -gêneo que possui raio atômico maior do que o do ferro. Assim sendo, a sua adição implica, tanto termodinamicamente quanto cineticamente, no atraso da decomposição da austenita em constituintes difusionais durante resfriamento contínuo (KRAUSS, 2005; BHADSHIA e HONEYCOMBE, 2006).

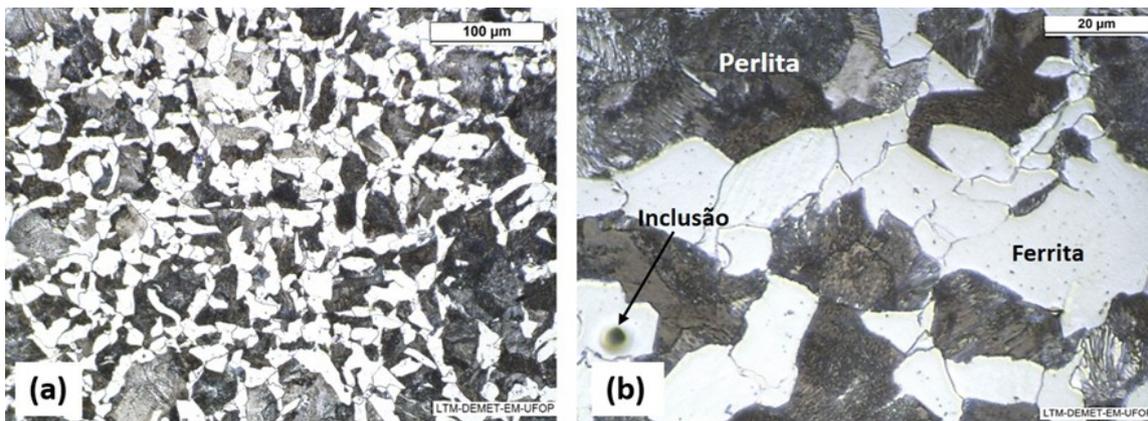
O Cr, quando em solução sólida, também dificulta a formação de constituintes difusionais, especialmente da perlita. Como este elemento é um bom formador de carbonetos, ele dificulta a cinética de formação da cementita durante o resfriamento contínuo. O B é um elemento intersticial que possui raio atômico relativamente grande comparado aos demais intersticiais, portanto, ele possui baixa solubilidade na austenita. Adições da ordem de 0,0010% de B podem ter significativo efeito sobre a temperabilidade do aço, pois durante a austenitização, haverá segregação de B nos contornos de grãos austeníticos e isso levará à diminuição da energia de contorno de grão,

desfavorecendo a nucleação heterogênea de ferrita primária e de perlita (PORTER DAVID A. *et. al.*, 2021).

#### 4.1.2 Caracterização Microestrutural

A Figura 38 apresenta a microestrutura do aço estudado no seu estado de entrega, ou seja, resultante de uma laminação de tubo sem costura (Processo *Mannesmann*) e resfriada ao ar até a temperatura ambiente. Observa-se que a microestrutura consiste em ferrita proeutetóide e perlita fina, o que está de acordo com o esperado para um aço hipoeutetóide, baixa liga quando resfriado ao ar. É possível notar a presença de inclusões globulares de sulfetos de manganês provenientes dos processos de fabricação.

Figura 38: Microestrutura do aço estudado no estado de entrega. Seção Transversal. (a) 200x, (b) 1000x. MO - Ataque: Nital 2%.



Fonte: Do Autor (2021).

Sobre a morfologia dos grãos, observa-se que se trata de uma microestrutura heterogênea com grãos de ferrita alotriomórfica (ferrita de contorno de grão), o que é esperado para aços hipoeutetóides resfriados ao ar, já que a ferrita alotriomórfica é a primeira fase a se formar sob taxas de resfriamento mais lentas a partir dos contornos de grão da austenita, entre as temperaturas  $A_{r3}$  e  $A_{r1}$ . Seus grãos crescem rapidamente ao longo dos contornos de grãos austeníticos devido ao fato de esta região propiciar elevada mobilidade atômica e possuir uma força motriz relativamente elevada para a transformação (aniquilação de contornos de grão austenita-austenita). Após consumir um segmento de contorno de grão austenítico, o seu crescimento radial passa a ser controlado pela taxa de difusão do carbono na interface de transformação austenita-ferrita que é mais lenta do que aquela verificada nos contornos de grão. Assim sendo, para o aço estudado, resfriado ao ar, supõe-se que

não houve energia nem tempo suficiente para que o crescimento radial acontecesse de forma expressiva, justificando assim a morfologia predominante de ferrita alotriomórfica (BHADESHIA e HONEYCOMBE, 2006; PORTER DAVID A. *et al.*, 2021).

As colônias de perlita apresentaram um crescimento irregular, visto que apresentam diferentes tamanhos ao longo da seção transversal. Segundo Krauss (2005) e outros autores, a decomposição da austenita em perlita é acelerada em baixas temperaturas, o que pode ser contraditório visto que se trata de um processo difusional. Entretanto, esta anomalia pode ser explicada pela redução do espaçamento interlamelar. À medida que a temperatura de transformação perlítica diminui, há uma diminuição da distância que os átomos de carbono precisam se difundir, fazendo com que o crescimento das colônias de perlita mais finas seja mais rápido em relação às colônias mais grosseiras (HYZAK; BERNSTEIN, 1976; MARDER *et al.*, 1976; OFFERMAN *et al.*, 2003; RODRIGUES *et al.*, 2021).

Na Tabela 14, pode-se observar as frações volumétricas médias de ferrita e perlita medidas na amostra em seu estado de entrega. Os dados apresentados consistem em médias e desvios calculados a partir de 35 campos analisados com ampliação de 200X. Verifica-se que em média, no estado de entrega, as frações volumétricas de ferrita e de perlita foram, respectivamente, 34% e 66%. Deve-se destacar ainda que, por esta dissertação se dedicar principalmente a estudar ciclos térmicos de têmpera após austenitização intercrítica, a fração de ferrita do estado de entrega (34%) será o limiar máximo de ferrita que poderá ser obtido nas microestruturas bifásicas desejadas, ou seja, na menor temperatura possível de austenitização intercrítica, tendendo a  $Ac_1$ , a máxima fração volumétrica de ferrita será alcançada e tenderá a um valor médio da ordem de 34%.

Tabela 14: Frações volumétricas de ferrita e perlita do aço estudado em seu estado de entrega (laminado à quente em Processo *Mannesmann* e resfriado ao ar).

Constituinte	Fração Volumétrica Média (%)	Desvio Padrão (%)
Ferrita	34	6
Perlita	66	6

Fonte: Do Autor (2021).

## 4.2 Microdureza

A Tabela 15 apresenta dados de microdureza Vickers medidos na amostra no seu estado de entrega. Os dados apresentados consistem em médias e desvios calculados a partir de dez medições aleatórias, como já descrito em Materiais e Métodos. A norma API 5CT não especifica ensaios de microdureza para o grau K55, porém este teste é importante para uma avaliação comparativa entre a dureza do material em seu estado de entrega e naquelas condições que serão simuladas por dilatométrica neste trabalho. Com base nos resultados apresentados na Tabela 15 é possível observar que a microdureza do material no seu estado de entrega apresentou pouca dispersão. Ao se considerar ensaios de microdureza Vickers realizados em um material multicomponente, um desvio padrão de 8HV é considerado baixo, refletindo assim a homogeneidade do material estudado em seu estado de entrega.

Tabela 15: Valores, média e desvio padrão dos ensaios de microdureza realizados na amostra em seu estado de entrega (carga de 1000 g por 5 segundos).

Microdureza Vickers no Estado de Entrega										
<b>(HV)</b>	206	196	194	214	208	214	203	216	199	192
<b>Média</b>	204									
<b>Desvio Padrão</b>	8									

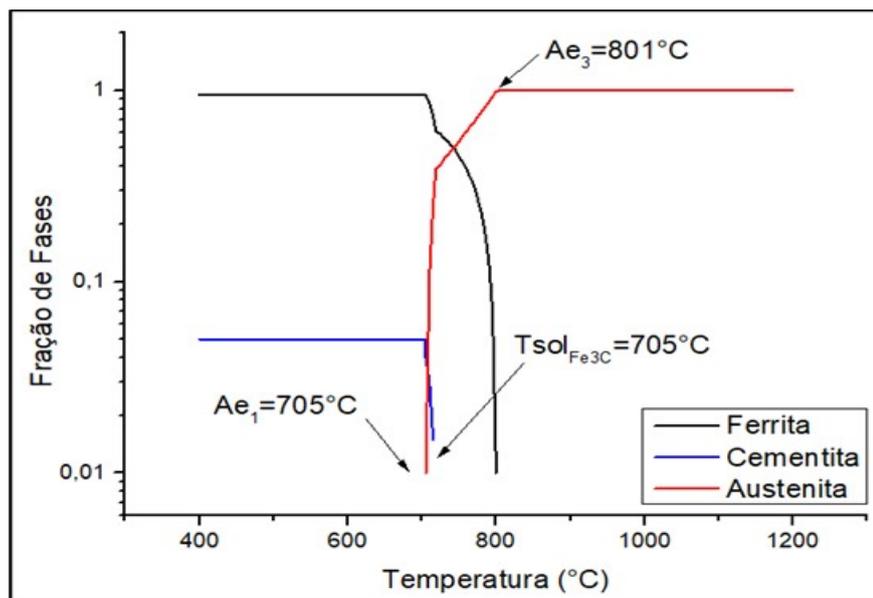
Fonte: Do Autor (2021).

## 4.3 Simulação Termodinâmica Computacional no Equilíbrio

Como descrito em Materiais e Métodos, a composição química do aço estudado (Tabela 13) foi utilizada como dado de entrada para que simulações termodinâmicas computacionais fossem executadas no *software* MatCalc<sup>®</sup> com o objetivo de: 1) determinar as temperaturas críticas  $Ae_1$  e  $Ae_3$ ; 2) avaliar as frações de fase em função da temperatura e 3) a concentração de carbono na austenita em função da temperatura de austenitização intercrítica. Todos os cálculos realizados nas simulações computacionais para se alcançar as três metas mencionadas foram feitos considerando-se condições de equilíbrio termodinâmico.

A Figura 39 apresenta a fração de fases em função da temperatura no equilíbrio, observa-se que o campo intercrítico está limitado entre 705°C e 801°C. Nota-se também que a temperatura de início de dissolução da cementita é a mesma do início de austenitização (705°C). Desta maneira, presume-se que não há nenhuma influência de precipitados na região intercrítica e que a cinética de decomposição da austenita em martensita será influenciada por  $T_{\gamma}$ , pelo tempo de encharque e, conseqüentemente, pela composição química da austenita. Abaixo de 705°C, o sistema consiste em ferrita e perlita; entre 705°C e 801°C majoritariamente em austenita e ferrita primária e no intervalo de 801°C até a temperatura máxima avaliada, que foi 1200°C, haverá a decomposição completa das fases em austenita, resultando em uma estrutura completamente austenítica.

Figura 39: Frações de fase no equilíbrio como função da temperatura. Simulação termodinâmica computacional feita no MatCalc® considerando a composição química do aço estudado (Tabela 13).

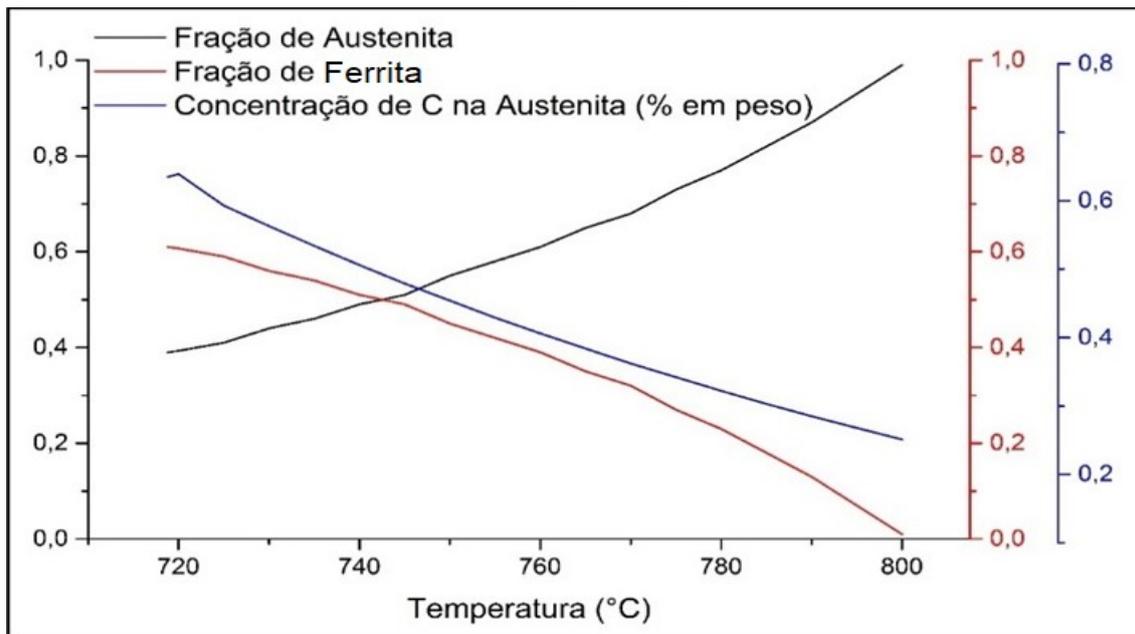


Fonte: Do Autor (2021).

A Figura 40 apresenta a concentração de carbono na austenita como uma função da temperatura de austenitização intercrítica. Pode-se observar que a concentração de carbono na austenita diminui com o aumento da temperatura. Em aços bifásicos, a diminuição deste elemento pode levar à redução da microdureza da martensita em condições de resfriamento acelerado, portanto, fora do equilíbrio. Devido à partição do carbono durante a austenitização intercrítica e, durante a têmpera, a martensita tenderá a se formar em maiores temperaturas à medida que a temperatura de austenitização aumenta, possivelmente resultando em uma morfologia de ilhas mais

grosseiras. Isso acontece pois, com o aumento da temperatura, a concentração de carbono na austenita diminui e o abaixamento de energia química necessário para compensar as componentes de energia de natureza não-química durante a transformação martensítica também diminui. Assim sendo, haverá menor super-resfriamento da austenita durante a têmpera, levando à formação da martensita em maiores temperaturas (MOVAHED *et al.*, 2009; HUSEYIN *et al.*, 2010).

Figura 40: Concentração de carbono na austenita em função da temperatura de austenitização intercrítica. Simulação termodinâmica computacional realizada em Matcalc considerando a composição química do aço estudado (Tabela 13).



Fonte: Do Autor (2021).

Resultados semelhantes foram relatados por diversos autores durante estudo sobre transformação de fase em aços bifásicos. Sunil e Rajanna (2020), propuseram a avaliação das propriedades mecânicas dos aços bifásicos ferrita-martensita produzidos por meio da técnica de têmpera com austenitização intercrítica. Para este trabalho os autores utilizaram chapa de aço microligado baixo carbono laminada a quente com 8 mm de espessura, os principais elementos de liga do aço típico bifásico são C, Si, Mn e Cr.

Segundo Sunil e Rajanna (2020), o aço microligado baixo carbono laminado a quente foi austenizado à temperatura de recozimento intercrítico de 910°C por 20 minutos, seguido de têmpera em salmoura. Posteriormente o aço austenizado foi reaquecido a temperaturas intercríticas selecionadas de (740, 760, 780, 800, 820°C) e mantidas por 10 minutos seguido de têmpera em óleo pré-aquecido a 80°C. De acordo com os autores, o óleo pré-aquecido usado nesse processo reduz a

taxa de têmpera em comparação com o óleo mais frio, além disso, também evita trincas microestruturais e diminui as tensões.

Após realizar o processo de têmpera, as amostras foram analisadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV), e os autores destacaram o aumento na fração volumétrica de martensita, e relacionaram esse aumento a regra da alavanca na região bifásica ferrita-austenita no diagrama de fases Ferro-Carbono. De acordo com a regra da alavanca, o aumento da temperatura intercrítica aumenta a fração volumétrica da austenita, que por sua vez se transformará na fase martensita após a têmpera. Segundo os autores, o aumento da fração volumétrica da martensita leva ao aumento da dureza do aço bifásico (SUNIL e RAJANNA, 2020).

Sabe-se que além do efeito das frações volumétricas de ferrita e martensita, a resistência à tração e a ductilidade dos aços baixa liga bifásicos ferrita-martensita são influenciados por muitas variáveis microestruturais, por exemplo, o tamanho de grão da austenita, a concentração de carbono, a morfologia e distribuição da martensita, a natureza e quantidade de ferrita. Assim sendo, Banadkouki e Fereiduni (2014) investigaram o efeito da partição de carbono na austenita prévia no comportamento mecânico individual da martensita na microestrutura bifásica ferrita-martensita usando um aço AISI4140 de grau comercial.

De acordo com Banadkouki e Fereiduni (2014), as amostras foram normalizadas para obter uma mistura de microestrutura de ferrita-perlita fina após serem aquecidas a 860° C por 60 minutos. Em seguida, as amostras bifásicas foram tratadas termicamente para obter várias microestruturas bifásicas de ferrita-martensita. Os processos de tratamento térmico consistiram nas seguintes etapas sequenciais: primeiro realizou-se o reaquecimento a 860°C por 60 minutos para obter uma estrutura austenítica fina e homogeneizada; posteriormente foi feita a imersão em um banho de sal a 600°C por 20-45 s para desenvolver frações volumétricas de ferrita; e por fim, a têmpera em um banho de óleo quente a 70° C para transformar toda a austenita metaestável remanescente em martensita.

Os autores observaram que quando se parte de uma estrutura inicialmente 100% austenítica aquecida até a temperatura de 860°C, ao se fazer posteriormente um tratamento térmico em imersão em um banho de sal a 600°C, a ferrita começará a se formar a partir da austenita, assim, quanto maior o tempo nesta temperatura, mais ferrita irá se formar e a fração de austenita diminuirá enquanto esse processo acontece ocorre também a partição de carbono da ferrita para a austenita. Então, segundo os autores, quanto maior o tempo na temperatura de 600°C, menor é a fração de austenita e, portanto, mais rica ela é em carbono corroborando, portanto, com o que é mostrado na Figura 40, quanto menor a fração de austenita, mais rica ela é em carbono (BANADKOUKI e FEREIDUNI 2014).

Souza *et al.*, (2020), buscaram avaliar os efeitos da temperatura de austenitização e da taxa de resfriamento na transformação martensítica atérmica em um aço microligado. Segundo os autores, a composição química da austenita não foi significativamente afetada pelas temperaturas de austenitização, no entanto, o tamanho de grão austenítico e a taxa de resfriamento afetaram a cinética de transformação martensítica. Eles ainda relataram que quanto maior o tamanho de grão austenítico, maior a temperatura  $M_s$ .

De acordo com Souza *et al.*, (2020), sabendo que a composição química da fase austenítica interfere na cinética de transformação martensítica e também é função da temperatura, no aquecimento, se houver a dissolução de precipitados com o aumento da temperatura de austenitização, os elementos solubilizados enriquecerão a fase austenítica e mudarão a energia química (força motriz) para promover a transformação martensítica. Estudos anteriores mostraram que a temperatura de austenitização não afeta diretamente a cinética da transformação martensítica (efeito intrínseco), porém, as mudanças por ela produzidas, seja na composição química da austenita ou no tamanho de grão da referida fase afetam (efeito extrínseco).

Autores como Khan e Bhadeshia (1990) destacam que a transformação martensítica inicia apenas se a mudança na energia livre química entre as fases austenita e martensita tornar alta o suficiente para superar a energia livre não química envolvida na transformação. Esta energia livre não química está associada à soma das energias necessárias para realizar o cisalhamento da rede, a deformação de austenita restante e a criação de novas interfaces.

Souza *et al.*, (2020) consideraram que, para o aço estudado, quanto maior a temperatura de austenitização e o tamanho de grão austenítico, menores serão as restrições à deformação plástica da austenita. Dessa forma, ocorrerá uma diminuição da força motriz necessária para o início da transformação martensítica, levando a uma diminuição do sub-resfriamento da austenita, ou seja, a temperatura  $M_s$  aumentará.

#### **4.4 Caracterização das Transformações de Fase por Dilatometria**

##### **4.4.1 Determinação das Temperaturas Críticas de Austenitização**

Como descrito no subtópico 3 de Materiais e Métodos, foram determinadas, pelo método do desvio mínimo aplicado aos dados de dilatometria, as temperaturas de austenitização fora do

equilíbrio  $Ac_1$  e  $Ac_3$ , a partir de três experimentos. A Tabela 16 apresenta os valores médios das temperaturas críticas, assim como seus respectivos desvios determinados para o aço estudado neste trabalho.

Tabela 16: Valores médios de  $Ac_1$  e  $Ac_3$ , com seus respectivos desvios, medidos por dilatométrica em aquecimento contínuo de  $3^\circ C/s$ , para o aço estudado neste trabalho.

Temperatura Crítica	$Ac_1$	$Ac_3$
Média	747	883
Desvio ( $\pm$ )	2	2

Fonte: Do Autor (2021).

Observa-se que as temperaturas críticas de aquecimento se mostraram maiores do que as previstas no equilíbrio (Figura 39), isso se dá pelo efeito da taxa de aquecimento imposta ao material fora do equilíbrio. No equilíbrio, como se considera um aquecimento infinitamente lento, para cada infinitésimo que a temperatura aumenta, sempre haverá tempo suficiente para que os processos difusionais ocorram e, portanto, as temperaturas críticas de transformação no equilíbrio ( $Ae_1$  e  $Ae_3$ ) serão as menores possíveis. Com o aumento da taxa de aquecimento, em uma condição, portanto, fora do equilíbrio, por uma questão de inércia, haverá uma elevação das temperaturas críticas, de forma que quanto maior a taxa de aquecimento, maiores serão as temperaturas de início e final de austenitização fora do equilíbrio ( $Ac_1$  e  $Ac_3$ ) (CALLISTER, 2002 e CHIAVERINI, 2005).

Foram realizados ensaios dilatométricos fora das condições de equilíbrio termodinâmico com uma taxa de aquecimento de  $3^\circ C/s$ , assim obteve-se as temperaturas críticas de austenitização ( $Ac_1$  e  $Ac_3$ ). Foi possível observar que as temperaturas  $Ac_1$  e  $Ac_3$  foram 6,0% e 10,2% maiores que  $Ae_1$  e  $Ae_3$  respectivamente, esses resultados estão de acordo com a literatura, além disso, esses resultados corroboram com dados de estudos anteriores (RODRIGUES *et al.*, 2020).

Matlock *et al.*, (2020) pesquisaram sobre as aplicações de processamento térmico rápido para desenvolvimento de chapas de aço avançado de alta resistência, os autores analisaram diversas chapas de aço, como por exemplo, aços-carbono simples (AISI1020, AISI1030), aços-liga (AISI4130, AISI4140, AISI8620), um aço inoxidável contendo 13% de Cr e um aço SSAB proprietário designado como Domex® Protect 500. Ao realizarem os testes, verificaram os efeitos da taxa de aquecimento nas temperaturas necessárias para atingir a austenitização completa em condições de não equilíbrio e compararam com as temperaturas no equilíbrio.

As temperaturas críticas de transformação aumentaram com a taxa de aquecimento e as microestruturas que evoluíram no aquecimento são sensíveis à taxa de dissolução do carboneto dependente da liga em altas temperaturas. No entanto, devido às contribuições de processos termicamente ativados (por exemplo, difusão, dissolução de carboneto, etc.) em temperaturas mais altas, os efeitos da microestrutura inicial e da taxa de aquecimento eventualmente desaparecem nas microestruturas finais transformadas (MATLOCK *et al.*, 2020).

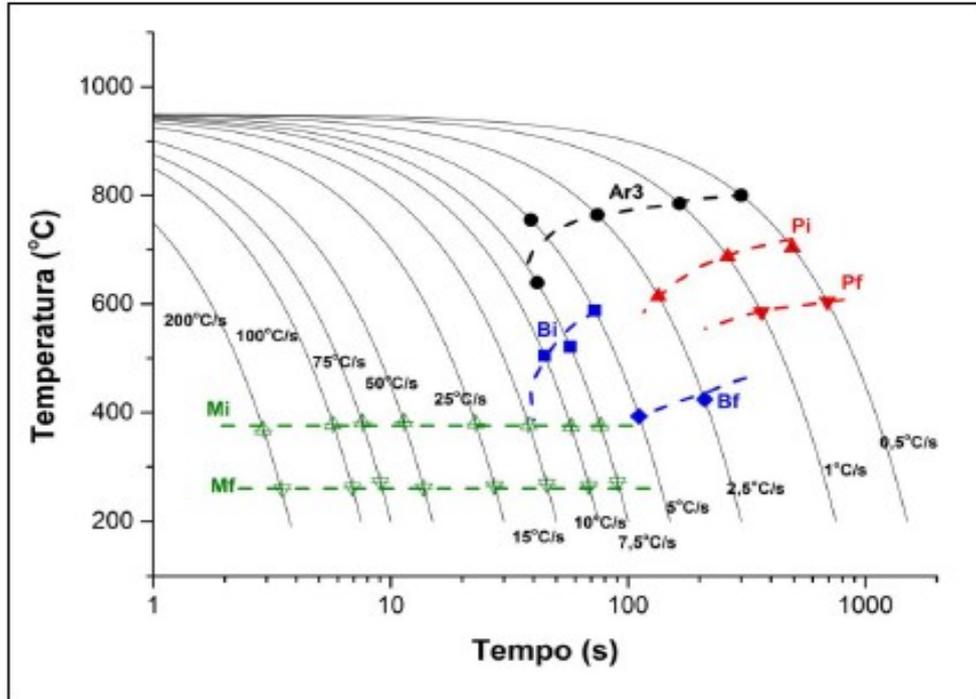
Dulucheanu *et al.*, (2018) avaliaram os pontos críticos na transformação de fase em estado sólido de um aço por meio de análises dilatométricas. Os autores identificaram as temperaturas nos pontos críticos na transformação de fase no estado sólido, a influência da taxa de aquecimento nestas temperaturas foi estabelecida e foi feita uma comparação entre os valores determinados por análises dilatométricas e os obtidos por meio de modelos matemáticos que são considerados no equilíbrio. Os autores aplicaram as seguintes taxas de aquecimento, 1, 3, 5, 10 e 30°C/min foram realizadas três análises dilatométricas para cada taxa de aquecimento e os dados processados pelo dilatômetro foram obtidos com o *software* com NETZSCH Proteus® 7.1.0.

Segundo Dulucheanu *et al.*, (2018), as temperaturas críticas no aquecimento de um aço podem ser determinadas usando modelos matemáticos que levam em consideração a composição química; essas equações podem gerar erros e, além disso, não permitem o cálculo da temperatura final de dissolução da perlita e, conseqüentemente, a determinação dos intervalos de temperaturas. Os autores afirmaram que as temperaturas medidas fora do equilíbrio foram maiores do que as calculadas no equilíbrio, corroborando com os resultados obtidos no presente trabalho.

#### **4.4.2 Determinação Experimental do Diagrama TRC do Aço Estudado**

Para fazer as demais avaliações e caracterizações a respeito da cinética de transformação martensítica, é de fundamental importância determinar a velocidade crítica de resfriamento para o aço estudado, ou seja, a menor velocidade de resfriamento para a qual se obtém microestrutura majoritariamente martensítica. Neste trabalho, para este fim, assim como para uma complementação de caracterização deste aço, determinou-se experimentalmente o seu diagrama TRC (Figura 41).

Figura 41: Diagramas TRC do aço em estudo austenitizado a 950°C (Ar<sub>3</sub>-Início de decomposição da austenita em ferrita primária; P<sub>i</sub> – Início de formação de perlita; P<sub>f</sub> – Final de formação de perlita; Bi- Início de formação de bainita; Bf – Final de formação de bainita; M<sub>i</sub> – Início de transformação martensítica; M<sub>f</sub> – Final de transformação martensítica).

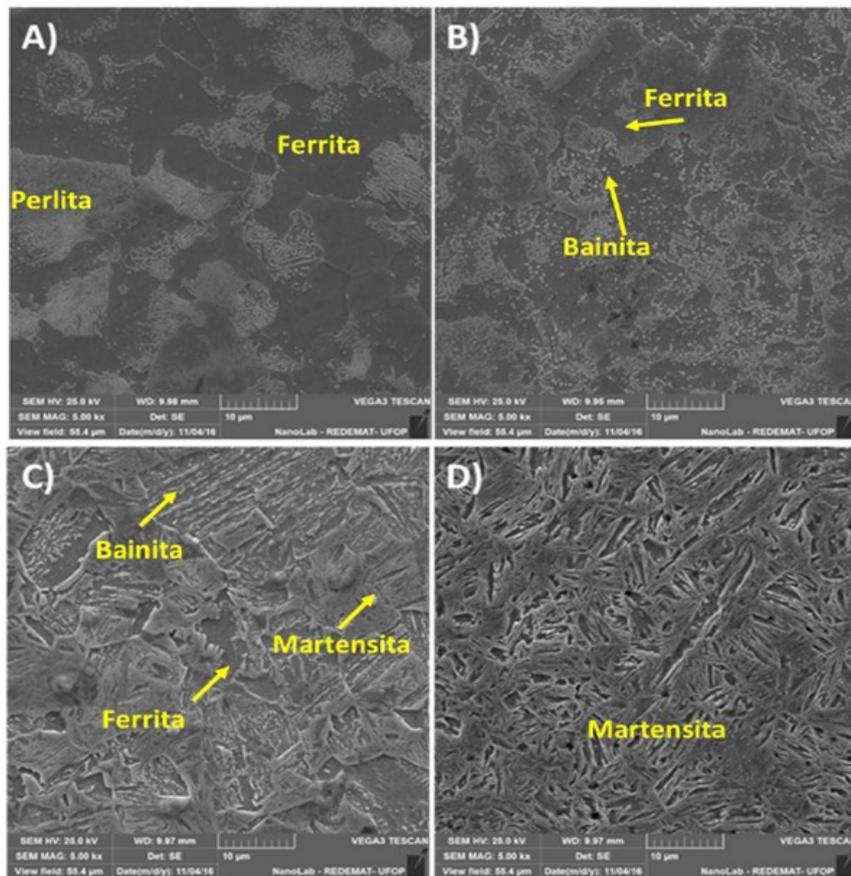


Fonte: Do Autor (2021).

Observa-se que se trata de um diagrama típico de um aço baixo carbono microligado com campo de transformação bainítica ligeiramente destacado em decorrência da presença de elementos químicos bons formadores de carbonetos, como cromo e molibdênio. Percebe-se também que sob o ponto de vista de temperabilidade, o aço estudado possui uma ampla possibilidade de velocidades de resfriamento que levam, com segurança, à obtenção de microestrutura final martensítica, sendo a velocidade crítica 15°C/s. A velocidade crítica de resfriamento é a menor velocidade possível que se pode aplicar a um dado aço de forma a não permitir a formação de constituintes difusionais. Portanto, ao se aplicar uma velocidade de resfriamento maior do que  $v_c$ , uma estrutura majoritariamente martensítica será garantida. A partir da velocidade de resfriamento, sabe-se que não haverá condições para a transformação de fase austenita/ferrita + cementita e, ao atingir a temperatura ambiente, a amostra terá estrutura martensítica (CHIAVERINI, 2005).

Para comprovar os microconstituintes finais previstos pelo diagrama TRC, quatro amostras submetidas a diferentes taxas de resfriamento foram microestruturalmente caracterizadas, sendo elas 0,5°C/s, 5°C/s, 10°C/s e 100°C/s. Na Figura 42 pode-se observar os resultados obtidos.

Figura 42: Microestruturas das amostras do aço estudado austenitizadas a 950°C e resfriadas a A) 0,5°C/s; B) 5°C/s; C) 10°C/s; D) 100°C/s. MEV – 5000X - Ataque Nital 4%.



Fonte: Do Autor (2021).

Pode-se observar que a amostra submetida à velocidade de resfriamento de 0,5°C/s é constituída por ferrita poligonal e perlita, como esperado para este aço para uma velocidade relativamente baixa. Com o aumento da taxa de resfriamento para 5°C/s verificou-se ainda uma pequena fração de ferrita primária, sendo a microestrutura majoritariamente bainítica (bainita granular). Ao se observar a micrografia da amostra submetida à taxa de resfriamento de 10°C/s, percebe-se uma microestrutura também majoritariamente bainítica, porém, ainda com a existência de uma pequena fração de ferrita primária.

Nesta taxa, observou-se ainda a formação de uma pequena fração de martensita. Isto se deu, pois, nesta taxa de resfriamento, não houve energia e nem tempo para a completa decomposição da austenita em constituintes difusionais, possibilitando a formação de ilhas de martensita na temperatura  $M_s$ . Quando se considera uma taxa de resfriamento de 100°C/s, é possível observar que a microestrutura é composta majoritariamente por martensita. A dependência da fração volumétrica

de martensita com a temperatura, para cada taxa de resfriamento é característica de uma transformação atérmica, o que significa que a fração de martensita aumenta com a diminuição da temperatura abaixo de  $M_s$ .

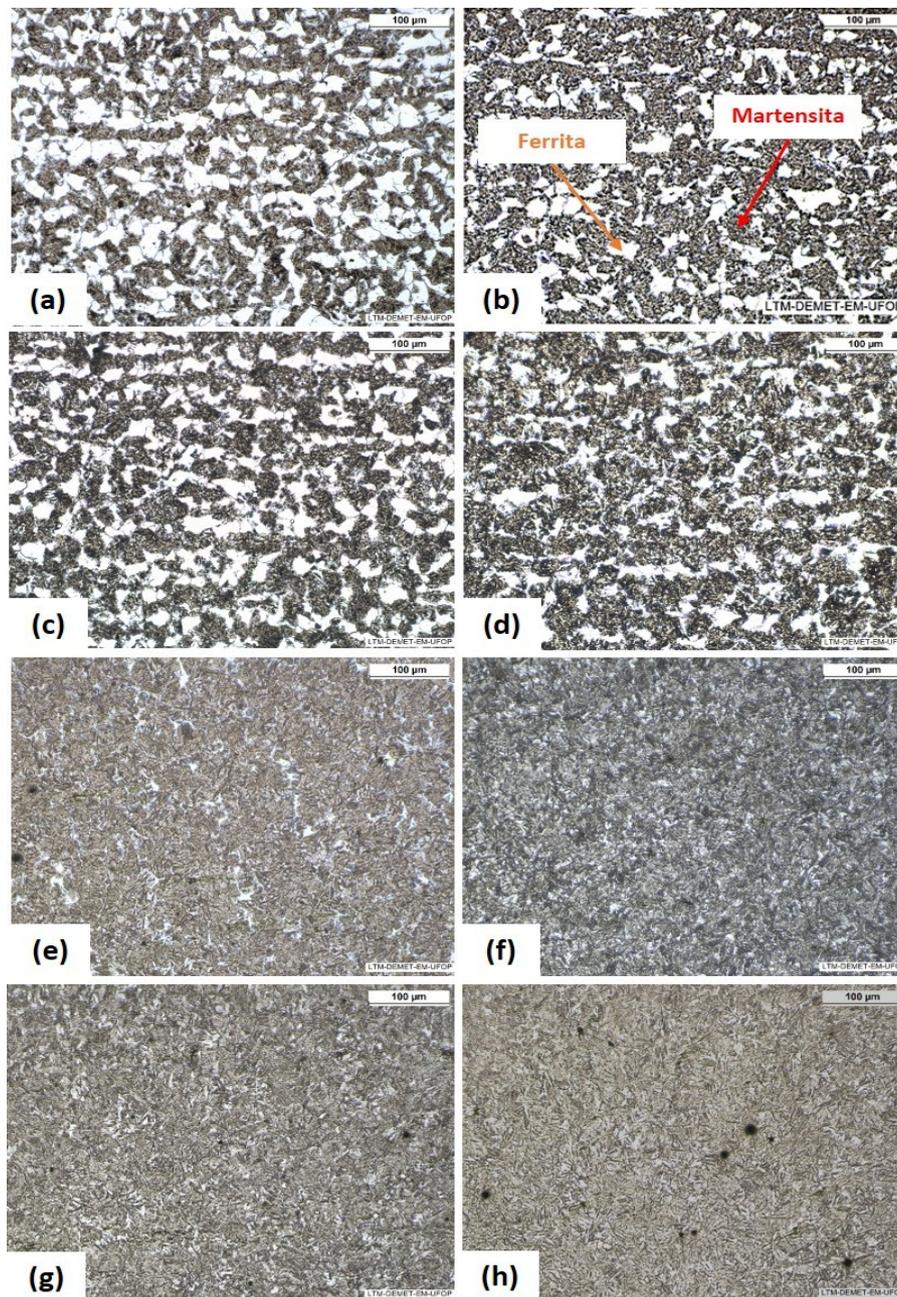
Mediante a caracterização apresentada, para se dar sequência ao estudo sobre o efeito da temperatura de austenitização sobre a cinética de transformação martensítica, optou-se por utilizar, com segurança, a taxa de resfriamento de  $100^\circ\text{C/s}$ . Como está claro no diagrama TRC do aço estudado, nesta taxa de resfriamento a microestrutura final será majoritariamente martensítica.

#### **4.4.3 Efeito da Temperatura de Austenitização sobre a Microestrutura e Microdureza das Amostras Temperadas**

Como discutido anteriormente, a temperatura de austenitização intercrítica influencia diretamente a microestrutura final após a têmpera. Conforme os estudos apresentados na revisão bibliográfica sobre a cinética de transformação de fase que descreveram sobre as alterações microestruturais de aços-carbono dando origem a aços bifásicos com adequada aplicação de austenitização intercrítica. Espera-se que resultados semelhantes, qualitativamente, sejam encontrados no presente trabalho, sabendo que a maioria das amostras foram aquecidas no campo intercrítico e posteriormente temperadas, assim é esperado que resultem em microestruturas bifásicas. A Figura 43 apresenta as microestruturas caracterizadas por microscopia óptica das amostras submetidas às temperaturas de austenitização intercríticas (entre  $Ac_1$  e  $Ac_3$  determinadas por dilatométrica) de  $750^\circ\text{C}$ ,  $760^\circ\text{C}$ ,  $770^\circ\text{C}$ ,  $780^\circ\text{C}$ ,  $790^\circ\text{C}$ ,  $820^\circ\text{C}$ ,  $850^\circ\text{C}$  e  $880^\circ\text{C}$  e temperadas a  $100^\circ\text{C/s}$ .

Na Figura 43, pode-se observar que as amostras com temperaturas de  $750^\circ\text{C}$  e  $790^\circ\text{C}$  são microestruturas bifásicas, que os grãos com coloração branca são grãos de ferrita não dissolvidos durante a austenitização e as estruturas aciculares com coloração mais escura são cristais de martensita.

Figura 43: Microestruturas das amostras temperadas a 100°C/s após submissão às temperaturas de austenitização de (a) 750°C; (b) 760°C; (c) 770°C; (d) 780°C; (e) 790°C; (f) 820°C; (g) 850°C; (h) 880°C – Microscopia Óptica – 200x – Nital 2%.



Fonte: Do Autor (2021).

Entretanto, para temperaturas superiores a  $820^{\circ}\text{C}$ , observa-se microestruturas completamente martensíticas após a têmpera, o que se mostra contraditório ao esperado quando se determinou as temperaturas  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$  como sendo  $747^{\circ}\text{C}$  e  $883^{\circ}\text{C}$  respectivamente. Esta divergência pode ser explicada pelo tempo de isoterma de 5 minutos. Apesar de  $820^{\circ}\text{C}$  estar abaixo de  $A_{c3}$ , esta é uma temperatura superior a  $A_{e3}=801^{\circ}\text{C}$ . Portanto, com o tempo de isoterma de 5 minutos há uma tendência do sistema se aproximar da condição de equilíbrio, justificando assim que a  $820^{\circ}\text{C}$  houvesse austenitização completa e, portanto, após a têmpera, a microestrutura tenha se tornado completamente martensítica (PIMENTA, 2021 e PIMENTA *et al.*, 2021).

Como previsto, observa-se que a fração de martensita tende a crescer à medida que a temperatura de austenitização aumenta, este comportamento era esperado baseando-se nos estudos de alguns autores que afirmam que independente da microestrutura inicial do aço, se ele for aquecido em uma temperatura entre  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$  e mantido nesta temperatura por tempo suficiente, a microestrutura será totalmente bifásica, constituída por ferrita e austenita. Assim, quanto maior a temperatura de austenitização intercrítica, maior será a fração de austenita formada e, conseqüentemente, menor será a fração de ferrita não transformada (LEE e COOMAN, 2013).

Os resultados obtidos no presente trabalho estão em conformidade com os apresentados por Nunes *et al.* (2019) que propuseram a realização de uma austenitização intercrítica de um aço inoxidável 410D, aquecendo o material a temperaturas entre  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$ . De acordo com os autores, quanto maior a temperatura de austenitização intercrítica e o tempo de tratamento, maior e a fração de martensita obtida após o resfriamento. Dessa forma, os autores concluíram que o aumento da temperatura e do tempo de austenitização favoreceram o aumento da fração de martensita na microestrutura e que quanto maior a fração de martensita, maior a dureza e resistência mecânica em tração. Pimenta *et al.*, (2021) estudaram o efeito de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica sobre a microestrutura, partição de elementos e temperatura  $M_s$  para um aço TRIP780.

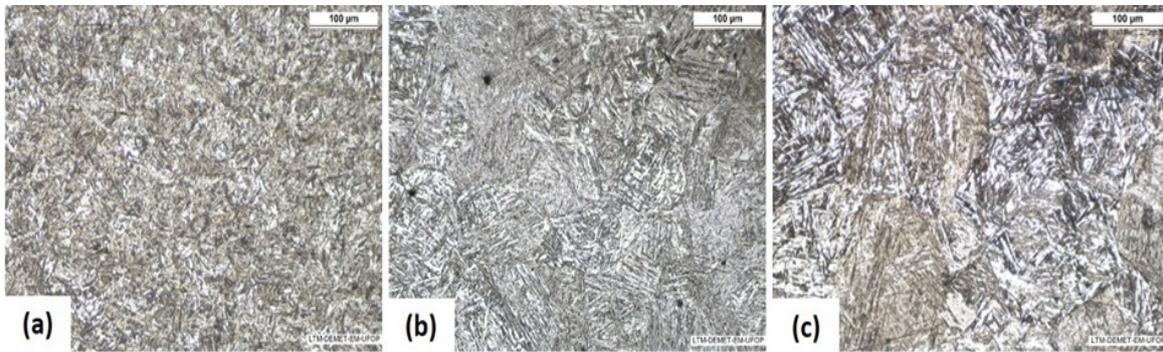
Os autores avaliaram diferentes ciclos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica, e comparou-se os resultados obtidos experimentalmente com os obtidos por meio de simulações computacionais no equilíbrio, dessa forma, os pesquisadores concluíram que, quanto menor a temperatura de austenitização intercrítica, menor é a fração de austenita formada tanto no equilíbrio quanto fora dele. Verificou-se ainda que, quanto menor a fração de austenita formada, maior é a concentração de C e Mn na referida fase. Esse cenário favorece a formação de bainita durante a têmpera e diminui significativamente a temperatura  $M_s$ , esses resultados corroboram com os encontrados nesta dissertação.

Como descrito no tópico 3.4.2 de Materiais e Métodos, três temperaturas de austenitização supercríticas ( $T_\gamma > A_{c3}$ ) também foram avaliadas, sendo elas 950°C, 1100°C e 1200°C. A Figura 44 apresenta as microestruturas das amostras austenitizadas nestas condições e temperadas a 100°C/s. Pode-se observar que para estas três temperaturas supercríticas avaliadas, como esperado, as microestruturas das amostras temperadas são majoritariamente martensíticas, porém não são idênticas. Percebe-se que com o aumento da temperatura de austenitização, as estruturas martensíticas ficaram mais grosseiras, o que está em acordo com a literatura. Cota *et. al* (2002) estudaram a influência da temperatura de austenitização sobre a cinética de formação da martensita em um aço microligado com Nb, os autores afirmaram que uma temperatura maior de austenitização acarreta um tamanho de grão médio austenítico maior e, conseqüentemente, uma área superficial de contorno por unidade de volume menor, diminuindo o número de sítios potenciais para a nucleação da ferrita no contorno de grão, dessa forma, é possível dizer que quanto maior a temperatura de austenitização espera-se que maior seja o tamanho de grão austenítico isto, segundo a literatura, afetará a cinética de transformação martensítica e, portanto, a morfologia da martensita.

Sabe-se que a cinética de formação da martensita atérmica depende da microestrutura do grão austenítico, assim, o entendimento e a caracterização da cinética é crucial tanto para evitar a formação de martensita durante tratamentos térmicos ou termo-mecânicos, por exemplo, como durante a formação isotérmica de bainita em aços bainíticos sem carbonetos, quando não se deseja a formação da martensita, ou como em um caso muito atual, quando se deseja controlar precisamente a fração volumétrica de martensita a ser formada em rotas de processamento de Q&P para obtenção de aços ARBL modernos (CELADA-CASERO *et al.* 2019).

A cinética de transformação martensítica atérmica depende principalmente do estágio de nucleação, devido ao crescimento das placas ser extremamente rápido e, portanto, parece que independente do tempo. A formação martensítica atérmica só pode ocorrer em um certo grau de super-resfriamento abaixo da temperatura na qual a energia livre de Gibbs da martensita e da austenita são as mesmas para uma dada composição ( $T_0$ ). O grau de super-resfriamento depende do equilíbrio entre a contribuição negativa para a energia livre devido à transformação e a contribuição positiva devido a processos opostos à transformação, como a criação de novas interfaces e ocorrência de deformações elásticas e plásticas da estrutura. Uma vez que o balanço de energia favorável é alcançado na temperatura  $M_s$ , as placas de martensita crescem seguindo um mecanismo adifusional onde a fração de martensita formada depende do super-resfriamento abaixo de  $M_s$  (ENTWISLE, 1971, CHRISTIAN 2002).

Figura 44: Microestruturas das amostras temperadas a 100°C/s após submissão às temperaturas de austenitização de (a) 950°C; (b) 1100°C; (c) 1200°C – Microscopia Óptica – 200x – Nital 2%.



Fonte: Do Autor (2021).

Através da microscopia óptica, foi possível verificar que a microestrutura martensítica se torna mais grosseira com o aumento da temperatura de austenitização. Nota-se que para as austenitizações intercríticas (de 750°C a 790°C, Figura 43 a – e) a martensita é muito refinada e apresenta um aspecto acicular (martensita em placas). Para as temperaturas de 820°C a 880°C (Figura 43 f – h) há uma mudança morfológica no microconstituente. O aspecto acicular vai se perdendo e dando lugar a uma morfologia mais grosseira, com aspecto de ripas. Para as temperaturas acima de 880°C (Figura 44) a morfologia predominante de ripas vai se tornando mais grosseira com o aumento da temperatura de austenitização.

Esses resultados estão de acordo com a literatura. Nos estudos de Krauss (1999), o autor afirmou que a morfologia em placas é composta por unidades não paralelas, assim a baixa temperatura de início de transformação martensítica faz com que as placas de martensita se formem em temperaturas nas quais a deformação invariante do retículo cristalino aconteça por maclagem e com pouca movimentação de discordâncias.

Já a martensita em ripas é caracterizada por empilhamentos de cristais na forma de ripas. Em aços baixo carbono, grande parte dos cristais num arranjo apresentam a mesma orientação cristalográfica e esses arranjos são denominados blocos. Conforme o aumento da concentração de carbono ou crescimento de grão austenítico, os cristais paralelos ou quase paralelos nos arranjos tendem a apresentar diferentes planos cristalográficos. A literatura mostra que quanto maior o tamanho de grão austenítico, menor é a resistência mecânica imposta às deformações necessárias para a formação dos cristais de martensita e, portanto, há uma tendência de que a transformação martensítica aconteça em temperaturas  $M_s$  mais elevadas. Neste contexto, a transformação

martensítica se dá, preferencialmente, pelo cisalhamento de planos e não por maclação, favorecendo a formação de martensita em ripas, de forma que quanto maior o tamanho de grão austenítico, mais grosseira tenderão a ser as ripas de martensita (KRAUSS 1999; SOUZA *et al.*, 2020).

A Tabela 17 apresenta as frações médias de ferrita e martensita das amostras termicamente tratadas em função da temperatura de austenitização. Como descrito em Materiais e Métodos, a quantificação das frações de fases foi feita por MO com a utilização do *software* ImageJ. Ao se observar os dados apresentados na Tabela 17, pode-se comprovar o que fora anteriormente descrito: para temperaturas maiores que 820°C verificou-se a austenitização completa do sistema e, portanto, após a têmpera, as microestruturas são completamente martensíticas.

Como descrito acima, para as temperaturas maiores que 820°C percebeu-se uma mudança de morfologia da martensita com aumento da temperatura de austenitização provavelmente, consequência do crescimento de grão austenítico. Com o intuito de comprovar esta hipótese, as amostras austenitizadas nas temperaturas de 820°C até 1200°C foram novamente preparadas e tiveram os seus tamanhos de grão austenítico prévio determinados por meio da utilização de ataques com o reativo Teepol e medições realizadas com o emprego do Método dos Interceptos (ASTM E112, 2013). Os resultados dos tamanhos médios de grão austenítico prévio como função da temperatura de austenitização são apresentados na Tabela 18, assim como a Figura 45 apresenta as micrografias das amostras atacadas com o reativo Teepol, onde destacam-se os grãos austeníticos prévios.

Tabela 17: Frações médias de ferrita e martensita, com respectivo desvio padrão, em função da temperatura de austenitização medidas por metalografia quantitativa.

T <sub>γ</sub> (°C)	Fração Média de Ferrita	Fração Média de Martensita	Desvio (±)
750	0,29	0,71	0,01
760	0,23	0,77	0,02
770	0,21	0,79	0,01
780	0,13	0,87	0,02
790	0,08	0,92	0,02
820	0	1	-
850	0	1	-
880	0	1	-
950	0	1	-
1100	0	1	-
1200	0	1	-

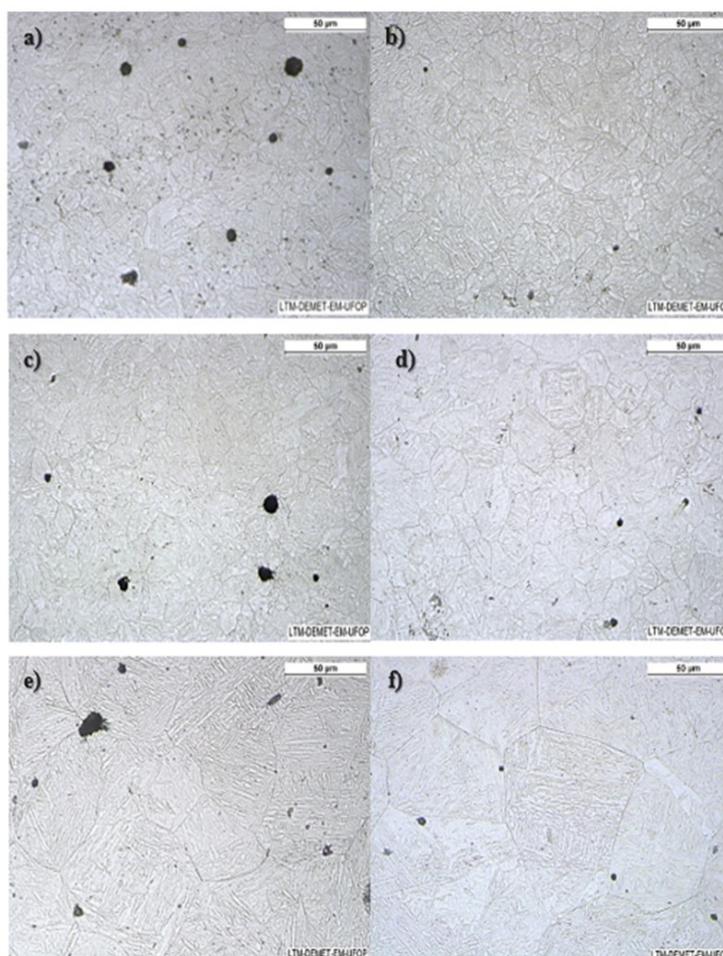
Fonte: Do Autor (2021).

Tabela 18: Tamanho de grão austenítico prévio médio ( $\mu\text{m}$ ) e desvio padrão em função da temperatura de austenitização  $T_\gamma$  ( $^\circ\text{C}$ ).

$T_\gamma$ ( $^\circ\text{C}$ )	Tamanho Médio ( $\mu\text{m}$ )	Desvio Padrão ( $\mu\text{m}$ )
820	10	1
850	11	1
880	13	1
950	16	2
1100	64	7
1200	96	15

Fonte: Do Autor (2021).

Figura 45: Microestruturas das amostras austenitizadas a: a)  $820^\circ\text{C}$ , b)  $850^\circ\text{C}$ , c)  $880^\circ\text{C}$ , d)  $950^\circ\text{C}$ , e)  $1100^\circ\text{C}$  e f)  $1200^\circ\text{C}$ , revelando os grãos austeníticos prévios. Ataque Teepol. M.O - 500x.



Fonte: Do Autor (2021).

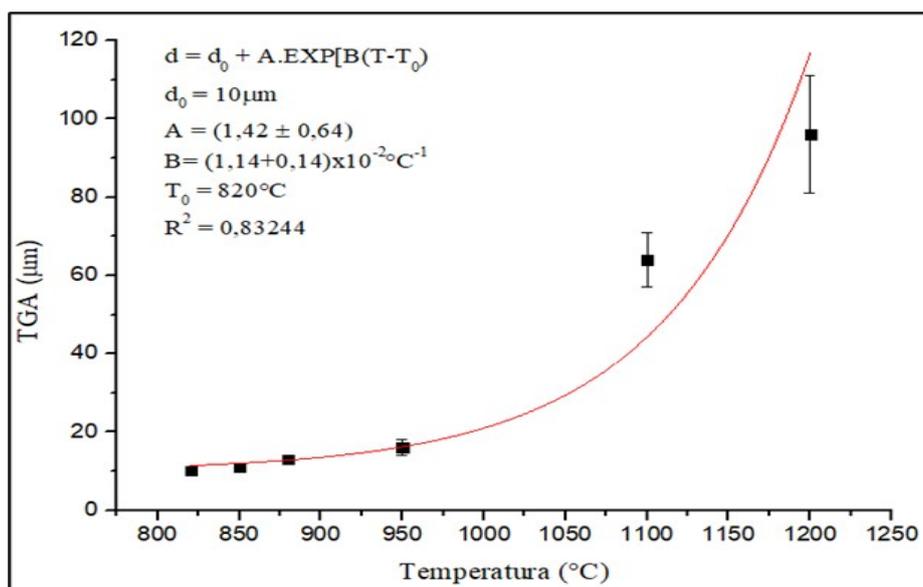
Realmente, verifica-se na Tabela 18 que há um significativo crescimento de grão austenítico com o aumento da temperatura de austenitização. Observa-se ainda um aumento do desvio padrão. Isso ocorre porque os grãos austeníticos maiores crescem às custas dos menores adjacentes, produzindo uma microestrutura heterogênea (BHADESHIA E HONEYCOMBRE, 2017).

Martins *et al.* (2014) propuseram que o tamanho de grão austenítico ( $d$ ) de um aço carbono ABNT 1045, com a temperatura ( $T$ ) compreendida no campo de estabilidade austenítico, obedece a lei descrita pela Equação 6, onde  $d_0$  é o tamanho de grão austenítico em uma temperatura  $T_0$ , assim como  $A$  e  $B$  são constantes de ajuste.

$$d = d_0 + A \cdot \exp[B(T - T_0)] \quad (6)$$

A mesma metodologia foi aplicada ao aço neste trabalho e foi possível determinar uma relação entre a temperatura de austenitização e o tamanho de grão austenítico como apresentada a Figura 46. O ajuste da Equação 6 se mostrou eficaz para temperaturas menores, mas para temperaturas acima de 950°C o ajuste perdeu sua acurácia, o que implica que possivelmente há uma influência forte do tempo de isoterma no crescimento de grão austenítico quanto maior for a temperatura de austenitização.

Figura 46: Efeito da temperatura sobre o tamanho de grão austenítico (TGA =  $d$ ) do aço API 5CT L80.



Fonte: Do Autor (2021).

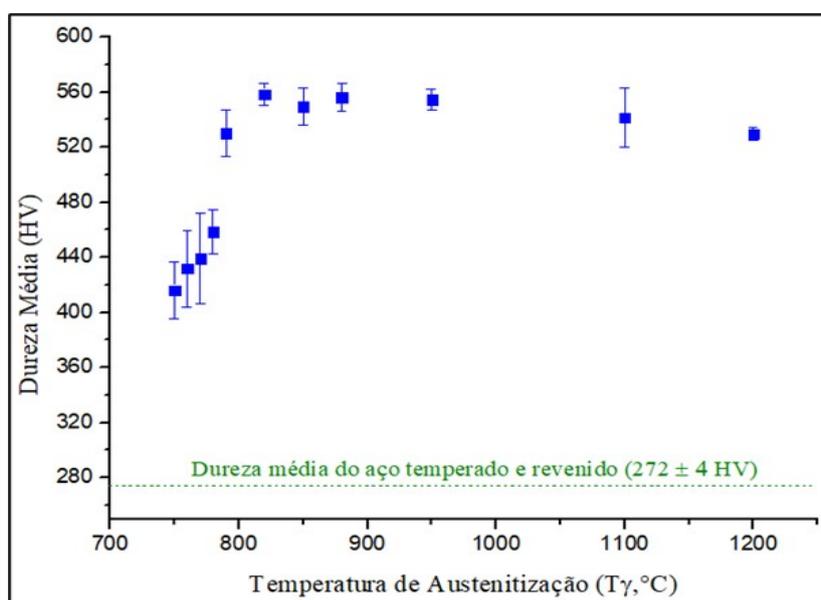
Finalmente, a Figura 47 apresenta os valores médios de microdureza das amostras em função da temperatura de austenitização e em uma amostra submetida a uma simulação de tratamento térmico usualmente empregadas na indústria, ou seja, de têmpera e revenimento como citado em Materiais e Métodos. Pode-se observar que, como esperado, a microdureza tende a aumentar com o aumento da temperatura de austenitização, visto que a fração de martensita, fase mais dura que a ferrita, aumenta com  $T_{\gamma}$ . Esses resultados estão de acordo com a literatura, visto que, muitos estudiosos indicam em seus trabalhos que o aumento da temperatura e do tempo de austenitização favorecem o aumento da fração de martensita na microestrutura, logo, quanto maior a fração de martensita, maior a dureza e resistência mecânica em tração (SUNIL, B.; RAJANNA, S., 2020; HENRY O.; MONDE K. C., 2008).

Observa-se também dois comportamentos do perfil da microdureza em função de  $T_{\gamma}$ : 1) crescimento acentuado até a dureza máxima de aproximadamente 560 HV referente a temperatura de 820°C; 2) uma estabilização com uma leve queda em temperaturas mais elevadas. Martins *et al.* (2014) argumentaram em seu trabalho que o tamanho do grão austenítico exerceu uma influência significativa na morfologia e, conseqüentemente, na microdureza e nas propriedades mecânicas da martensita em uma amostra de aço ABNT 1045 após tratamento térmico de têmpera. Segundo os autores, quanto maior o tamanho de grão austenítico, mais grosseira era a estrutura martensítica e, portanto, mais macia.

As amostras tratadas termicamente apresentaram uma dureza superior quando comparadas com a dureza da amostra na condição como recebida. Sabe-se que a maior dureza dos aços bifásicos é atribuída à presença da fase martensita. A amostra como recebida apresentou uma média de dureza de 204 HV, enquanto as amostras tratadas termicamente apresentaram diferentes durezas segundo o teste de microdureza Vickers, por exemplo, 560HV, com temperaturas de 820°C e 950°C, completamente austenitizadas, onde não se observou intenso crescimento de grão austenítico, enquanto em outras duas faixas: uma do intercrítico entre 750°C e 790°C, onde a dureza cresce continuamente entre aproximadamente 420HV e 540HV e uma do supercrítico onde se observa expressivo crescimento de grão austenítico entre 950°C e 1200°C onde a dureza diminui suavemente de 560HV até aproximadamente 540HV. A Figura 47 mostra o efeito da temperatura de austenitização sobre os valores médios de microdureza Vickers, a dureza dos aços bifásicos aumentou proporcionalmente com a temperatura intercrítica que corresponde ao aumento das frações volumétricas de martensita. Além disso, sabe-se que a fase martensita conferirá maior resistência à deformação plástica localizada em comparação com a fase ferrita (MOVAHED *et al.*, 2009).

Quando a amostra é aquecida no campo intercrítico entre  $Ac_1$  e  $Ac_3$ , a microestrutura da amostra consistirá de ferrita e austenita, no entanto, a microdureza da amostra será relativamente baixa, porém, se aumentar a temperatura de austenitização e aquecer a amostra até o campo supercrítico, a microestrutura da amostra é modificada, provocando a formação de microestruturas bifásicas com diferentes frações de ferrita e martensita, logo, o material apresentará maior dureza que é uma característica da fase martensítica (MOVAHED *et al.*, 2009 e SUNIL, B.; RAJANNA, S.).

Figura 47: Efeito da temperatura de austenitização sobre os valores médios de microdureza Vickers de amostras submetidas a um resfriamento acelerado a  $100^\circ\text{C/s}$ .



Fonte: Do Autor (2021).

Um aspecto importante que merece ser mencionado é que todas as condições simuladas de têmpera após austenitização intercrítica apresentaram dureza muito superior à amostra submetida ao tratamento térmico clássico empregado na produção de tubos sem costura (têmpera e revenimento). Essa condição era esperada pois, de acordo com a literatura o aumento da temperatura e do tempo de austenitização favorecem o aumento da fração volumétrica de martensita na microestrutura, logo frações volumétricas mais altas de martensita implicam em maior dureza e resistência mecânica à tração e fadiga do aço, mas com perda de ductilidade e tenacidade à fratura (FARIA *et al.*, 2020).

A morfologia de ilhas martensíticas dispersas numa matriz ferrítica, como observadas na Figura 43 (a), onde se tem a maior fração de ferrita, é uma característica interessante sob o ponto de resistência mecânica, já que durante os processos de deformação plástica, esta matriz ferrítica macia escoia pelas ilhas de martensita de elevada dureza, o que contribui para a ductilidade de aços *Dual-*

*Phase* (GORNI, 2008). Kalashami *et. al*, (2016), mostraram em seu trabalho que a resistência mecânica do material é diretamente influenciada pela densidade de discordâncias, pela fração de martensita e pelo tamanho de grão ferrítico. No contexto de deformação plástica, quanto maior a fração de martensita e menor o tamanho de grão ferrítico, em geral, percebe-se um aumento do coeficiente de encruamento, no entanto, uma diminuição da deformação uniforme, consequência de rápido ancoramento de discordâncias e início de nucleação de descontinuidades volumétricas.

#### 4.4.4 Efeito da Temperatura de Austenitização sobre as Temperaturas de Início e Final de Transformação Martensítica

Como explicado no tópico 3 de Materiais e Métodos, para cada uma das condições de austenitização, foram determinadas, por meio de técnicas de dilatomia, as temperaturas de início e final da transformação martensítica ( $M_s$  e  $M_f$ , respectivamente) para o aço estudado. A Tabela 19 apresenta os resultados obtidos.

Tabela 19: Temperaturas de início e final da transformação martensítica medidas por dilatomia em função da temperatura de austenitização.

Temperatura de Austenitização (°C)	$M_s$ (°C)	$M_f$ (°C)
750°C	279	123
760°C	317	144
770°C	334	175
780°C	351	179
790°C	358	181
820°C	366	192
850°C	367	202
880°C	368	207
950°C	371	212
1100°C	377	223
1200°C	381	236

Fonte: Do Autor (2021).

O tratamento térmico de austenitização intercrítica é responsável por controlar a formação da martensita nos aços, uma vez que as características da transformação austenita-martensita dependem da condição de austenitização, sendo a temperatura de austenitização uma das mais influentes. Muitos autores destacam que quanto maior a temperatura de austenitização maior será a

suscetibilidade para o início da transformação martensítica nos aços, dessa forma serão aumentadas as temperaturas críticas  $M_s$  e  $M_f$  da referida transformação ((BOHEMEN; SIETSMA, 2014, ERIŞIR *et al.*, 2016, GARCÍA-JUNCEDA, 2008).

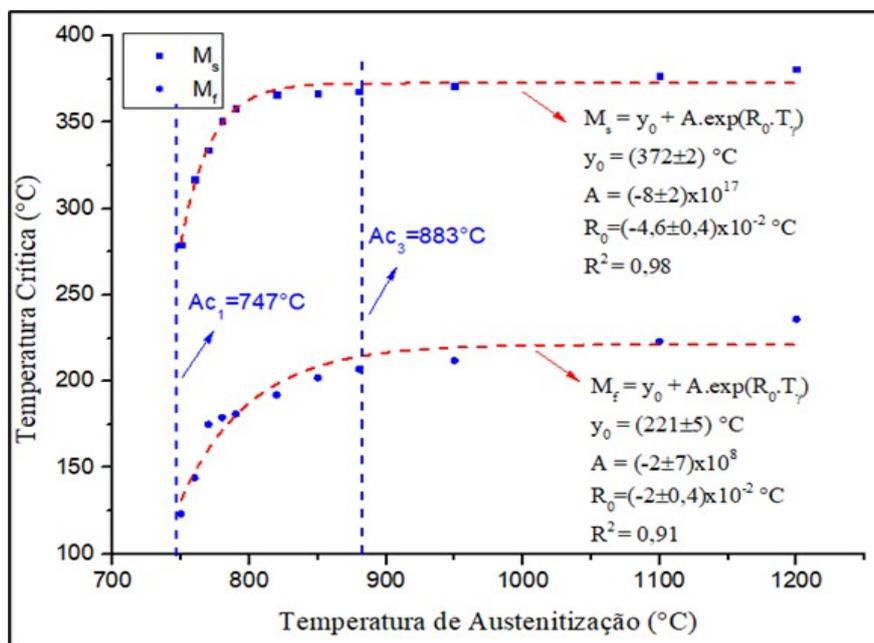
As temperaturas críticas de início  $M_s$  e final  $M_f$  da transformação martensítica aumentaram com o acréscimo da temperatura de austenitização. Nos tratamentos térmicos, atentando somente para as condições de austenitização intercrítica, é possível observar que o aumento foi motivado pela diminuição de descontinuidades e pela variação da composição química da austenita, assim, tende a apresentar menor concentração de carbono como apresentado na Figura 40. Já os tratamentos térmicos sujeitos a austenitização supercrítica, ou seja, temperatura acima de  $A_{c3}$ , a variação de  $M_s$  e  $M_f$ , é devido a uma variação da densidade de descontinuidades e ao aumento do tamanho do grão austenítico.

A Figura 48 apresenta graficamente a relação entre as temperaturas críticas de início e final da transformação da martensita com a temperatura de austenitização ( $T_\gamma$ ) para o ciclo térmico de austenitização em uma temperatura  $T_\gamma$ , tempo de isoterma de 5 minutos e taxa de resfriamento de  $100^\circ\text{C/s}$ . Foram destacadas também as temperaturas  $A_{c1}$  e  $A_{c3}$  obtidas por dilatometria.

Neste trabalho, foi possível também propor uma equação de previsibilidade para a variação tanto de  $M_s$  quanto  $M_f$  como função da temperatura de austenitização (Equação 7), onde  $Y_0$ ,  $R_0$  e  $A$  são parâmetros de ajuste. Observa-se na Figura 48 que esta lei prevê com bastante acurácia as temperaturas tanto de início quanto de final da transformação martensítica para as condições propostas de estudo do aço.

$$M_{s,f} = Y_0 + A \cdot \exp(R_0 \cdot T) \quad (7)$$

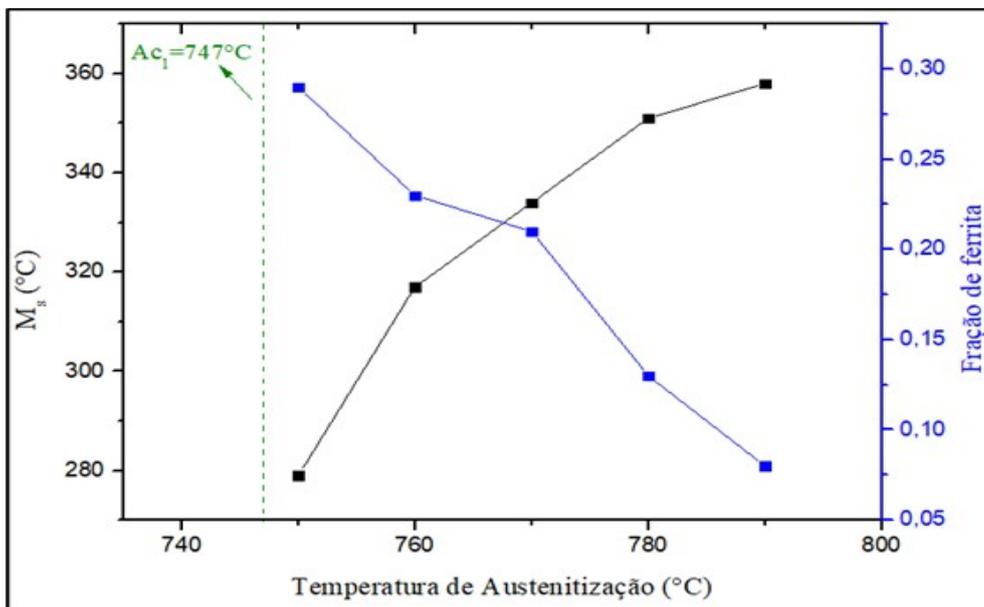
Figura 48: Efeito da temperatura de austenitização sobre as temperaturas de início e final de transformação martensítica para uma taxa de resfriamento de 100°C/s.



Fonte: Do Autor (2021).

Analisando as microestruturas bifásicas após a têmpera, foi possível estabelecer uma relação entre a fração de ferrita e a temperatura de início da transformação martensítica em função da temperatura de austenitização, como mostrado na Figura 49. Observa-se que com o aumento da temperatura de austenitização intercrítica, a fração de ferrita não transformada diminui, enquanto a temperatura  $M_s$  aumenta. Segundo a literatura, e conforme já discutido, com o aumento da temperatura de austenitização intercrítica, a fração de austenita formada aumenta e conseqüentemente a sua concentração de carbono diminui. Neste cenário, as restrições às componentes de deformação necessárias para a transformação martensítica diminuem e, portanto, o incremento de energia livre associado a estas deformações também diminuem, requerendo assim um menor super-resfriamento da austenita para que a transformação martensítica aconteça, gerando como conseqüência um aumento de  $M_s$ . Destaca-se que para o aço estudado neste trabalho, com um aumento de 750°C para 790°C, a temperatura  $M_s$  subiu aproximadamente 80°C, o que é muito significativo neste tipo de transformação em aços (ISHIDA, 1995; FONSTEIN, 2015; KUNG e RAYMENT, 1998).

Figura 49: Fração de ferrita e temperatura de início da transformação martensítica em função da temperatura de austenitização para temperaturas de austenitização entre 750 e 790°C.



Fonte: Do Autor (2021).

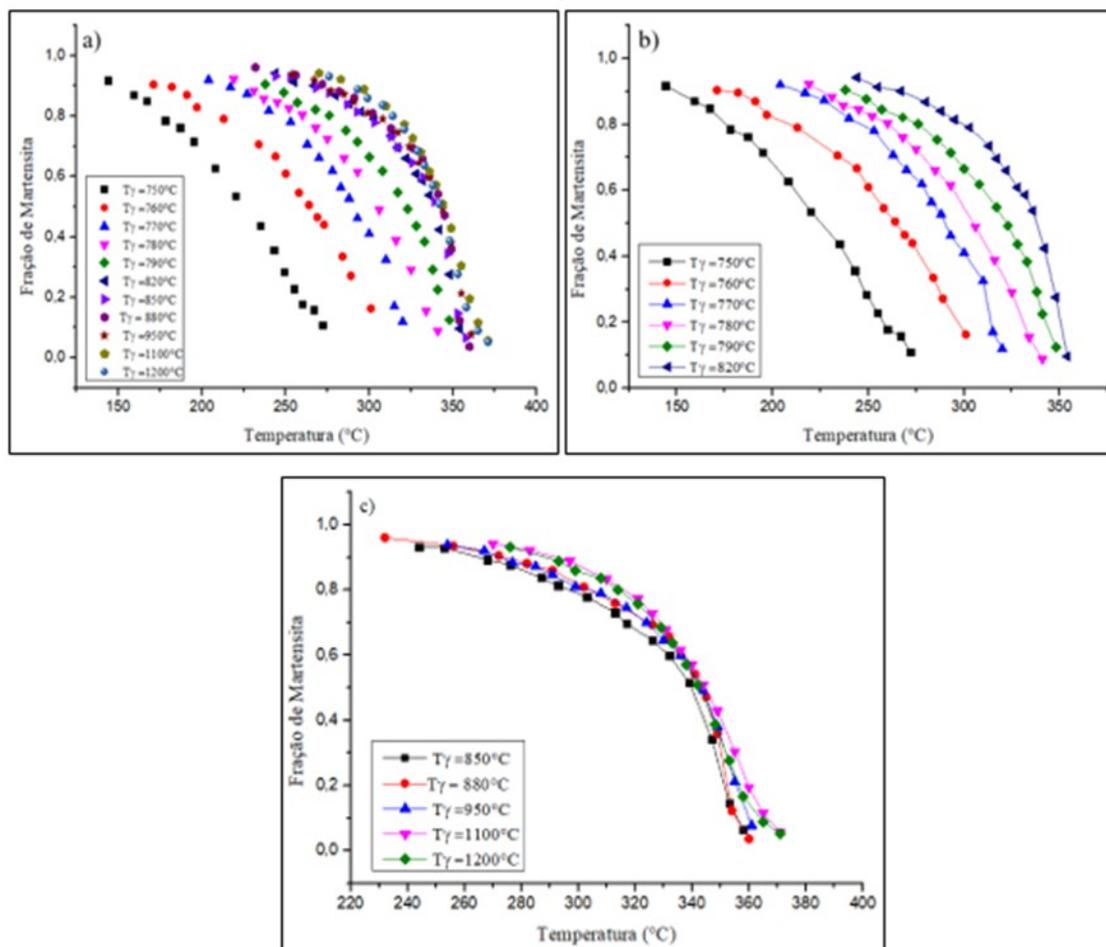
#### 4.4.5 Efeito da Temperatura de Austenitização sobre a Cinética de Transformação

##### Martensítica

Como descrito no item 3 de Materiais e Métodos, por meio da utilização do método da Regra da Alavanca (Equação 1), a fração de austenita transformada em martensita como função da temperatura, no resfriamento contínuo, foi determinada considerando-se toda fração de austenita disponível se transformando em martensita, ou seja, a fração final de martensita será sempre igual a 1.

A Figura 50 (a) apresenta a evolução da transformação martensítica em função da temperatura. Para facilitar o entendimento, os dados foram separados em duas condições específicas, sendo Figura 50 (b) relativa a condições de microestruturas inicialmente bifásicas (ferrita + austenita), ou seja, temperaturas intercríticas (entre 750°C e 820°C) e Figura 50 (c) referente a condições de completa austenitização (temperaturas acima de 820°C).

Figura 50: Efeito da temperatura de austenitização sobre a cinética de transformação martensítica em amostras do aço estudado submetidas a resfriamento a  $100^{\circ}\text{C/s}$ . a) Todas as temperaturas  $T_{\gamma}$ ; b) Condições bifásicas; c) Austenitização completa.



Fonte: Do Autor (2021).

A partir dos resultados obtidos na Figura 50 (b), fica evidente a influência da temperatura de austenitização intercrítica sobre a cinética de transformação martensítica, visto o espaçamento entre as curvas de transformação, isto confirma que quanto maior  $T_{\gamma}$  (compreendida no campo intercrítico), há uma diminuição do teor de carbono na austenita, assim, maior será a temperatura de início de formação da martensita e mais rapidamente ela se transforma por completo, tendo em vista o aumento da inclinação das curvas.

Para as temperaturas onde houve austenitização completa Figura 50 (c), pode-se observar que o espaçamento entre curvas diminuiu, o que implica que não há uma grande variação de  $M_s$  para maiores temperaturas de austenitização. A sobreposição de curvas implica também que sob o ponto de vista cinético, a temperatura de austenitização completa não exerce grande influência sobre a velocidade da transformação.

Em seu trabalho, Souza (2018) também constatou que o tamanho de grão austenítico prévio não influencia fortemente a cinética de transformação martensítica de um aço USISAR 80T completamente austenitizado e temperado sob quatro taxas de resfriamento distintas ( $25^{\circ}\text{C/s}$ ,  $50^{\circ}\text{C/s}$ ,  $75^{\circ}\text{C/s}$  e  $100^{\circ}\text{C/s}$ ), porém, representa uma importante influência sobre a temperatura  $M_s$ . Segundo o autor, a diminuição do tamanho do grão austenítico é seguido da diminuição de  $M_s$ . O autor concluiu que as temperaturas de início e final da transformação martensítica diminuíram com o aumento da taxa de resfriamento, já a taxa de transformação martensítica aumentou.

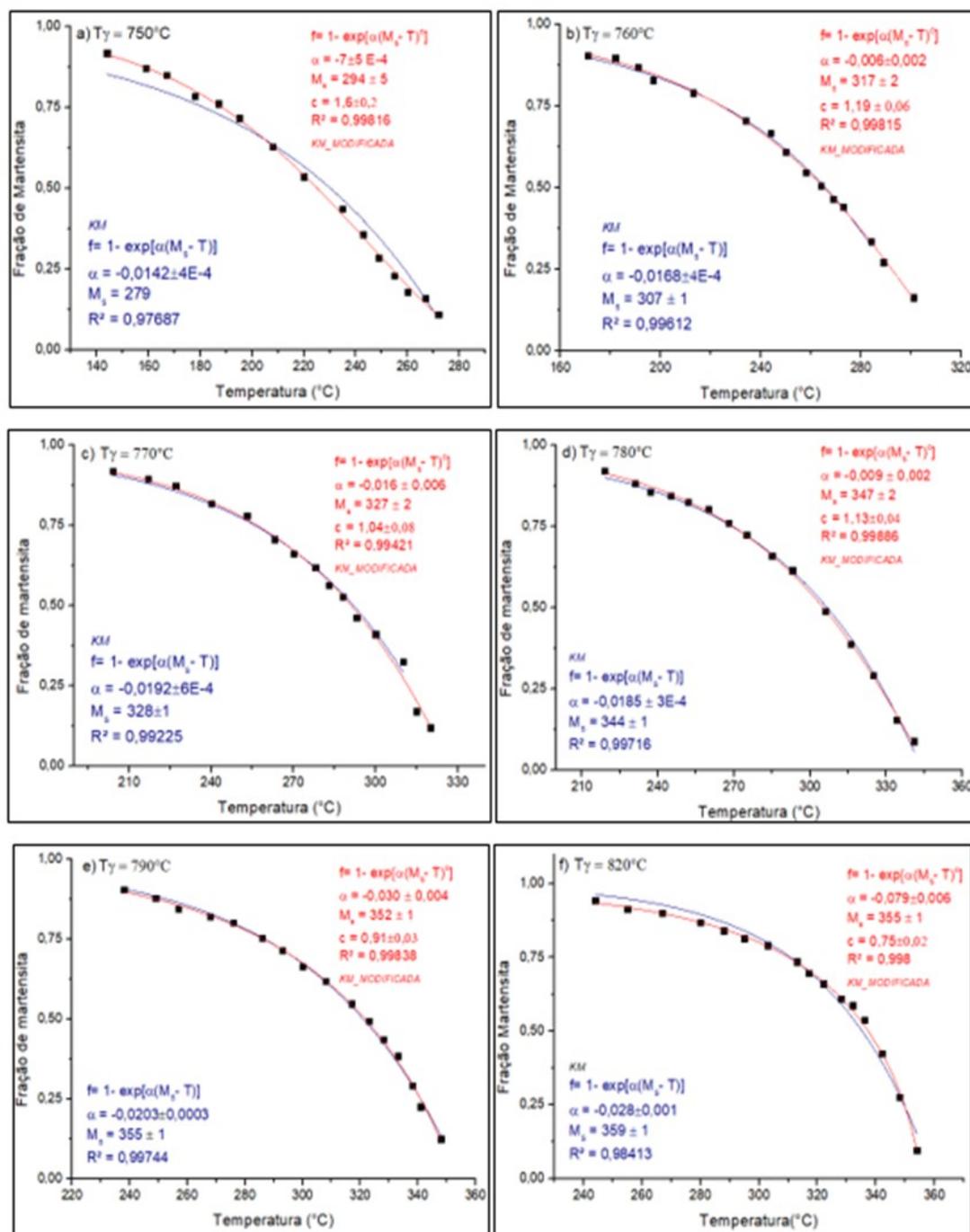
Souza *et. al.*, (2020) estudaram os efeitos da temperatura de austenitização e da taxa de resfriamento sobre a cinética de transformação martensítica atérmica em um aço microligado. Segundo os autores, a temperatura de austenitização não influencia diretamente a cinética de transformação martensítica, porém, as mudanças causadas por ela, seja na composição química da austenita (precipitação/dissolução de fases) ou na granulometria da austenita, devem ser consideradas.

Os autores observaram que o aumento da temperatura de austenitização levou ao aumento do tamanho médio de grão austenítico. Sendo assim, os autores consideraram que, para o aço estudado, à medida que a temperatura de austenitização e o tamanho de grão austenítico aumentam, as restrições à deformação plástica da austenita diminuem. Portanto, há uma diminuição da força motriz necessária para o início da transformação martensítica, causando uma diminuição do super-resfriamento da austenita, ou seja, a um aumento da temperatura  $M_s$ .

Sabe-se que a transformação martensítica é controlada principalmente pela fase de nucleação e depende fortemente do efeito autocatalítico, dessa forma, o aumento do tamanho médio de grão austenítico leva ao aumento da temperatura  $M_s$ . De acordo com os autores, para uma temperatura de austenitização específica e para a faixa da taxa de resfriamento estudada, a temperatura  $M_s$  diminui com o aumento da taxa de resfriamento. Souza *et. al.*, (2020) concluíram que o tamanho de grão da austenita prévia não afetou significativamente a taxa de transformação martensítica. No entanto, a taxa de transformação martensítica aumentou conforme o aumento da taxa de resfriamento.

Como descrito no tópico 3 de Materiais e Métodos, foram utilizados modelos matemáticos empíricos descritos na literatura técnica para se determinar os valores de  $M_s$  das amostras submetidas às diferentes temperaturas de austenitização. Os modelos matemáticos escolhidos foram propostos por Koistinen e Marburger (1957) (KM) e Lee e Van Tyne (2012) (KM\_Modificada) (Equações 2 e 3), para as amostras aquecidas a  $750^{\circ}\text{C}$ ,  $760^{\circ}\text{C}$ ,  $770^{\circ}\text{C}$ ,  $780^{\circ}\text{C}$ ,  $790^{\circ}\text{C}$  e  $820^{\circ}\text{C}$ , com tempo de isoterma de 5 minutos e resfriadas sob taxa de  $100^{\circ}\text{C/s}$ . Os ajustes dos modelos matemáticos empíricos aos dados experimentais são apresentados na Figura 51 (a-d).

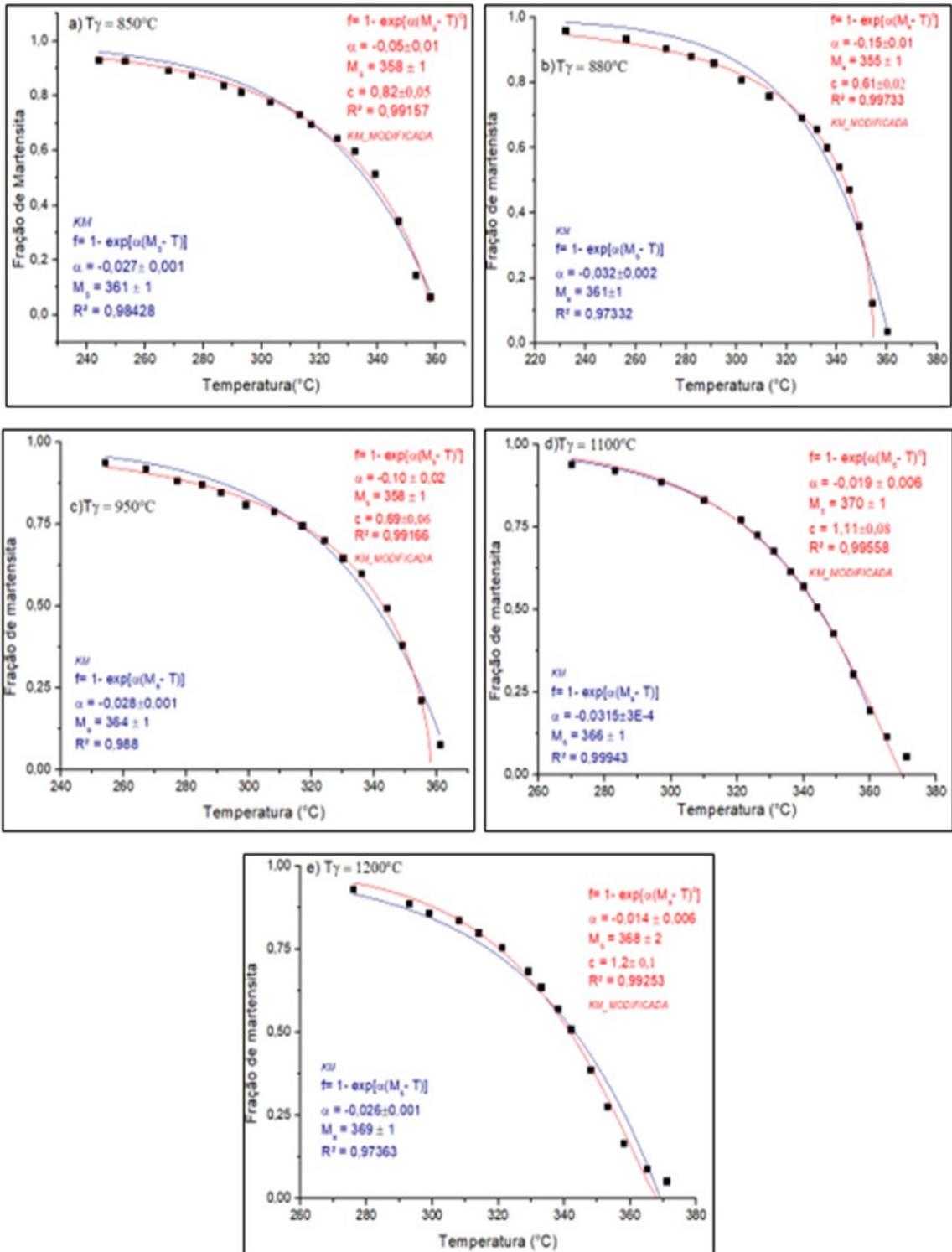
Figura 51: Ajustes dos modelos propostos por Koistinen e Marburger (KM) e Lee e Van Tyne (KM\_Modificada), para as amostras aquecidas a: a) 750°C, b) 760°C, c) 770°C, d) 780°C, e) 790°C, f) 820°C, com tempo de isoterma de 5 minutos e resfriadas sob taxa de 100°C/s.



Fonte: Do Autor (2021).

Para as condições de completa austenitização, a Figura 52 apresenta os ajustes dos modelos propostos por Koistinen e Marburger (KM) e Lee e Van Tyne (KM\_Modificada) aos dados de amostras austenitizadas a: a) 850°C, b) 880°C, c) 950°C, d) 1100°C e e) 1200°C, com tempo de isoterma de 5 minutos e resfriadas sob taxa de 100°C/s.

Figura 52: Ajustes dos modelos propostos por Koistinen e Marburger (KM) e Lee e Van Tyne (KM\_Modificada), para as amostras austenitizadas a: a) 850°C, b) 880°C, c) 950°C, d) 1100°C e e) 1200°C, com tempo de isoterma de 5 minutos e resfriadas sob taxa de 100°C/s.



Fonte: Do Autor (2021).

Observa-se que, em geral, para as temperaturas de austenitização compreendidas no campo bifásico (760°C a 820°C), tanto o modelo proposto por Koistinen e Marburger (KM) quanto o proposto por Lee e Van Tyne (KM\_Modificada) previram com acurácia a evolução da transformação martensítica.

A Tabela 20 e a Figura 53 apresentam comparativos entre as temperaturas de início da transformação martensítica obtidas experimentalmente por dilatométrica e aquelas previstas pelos modelos matemáticos de previsão da cinética de transformação martensítica propostos por Koistinen e Marburger (1957) e Lee e Van Tyne (2012). Pode-se observar na Tabela 20 que os valores das temperaturas de início da transformação martensítica obtidos experimentalmente por dilatométrica estão muito próximos dos valores das temperaturas de início da transformação martensítica previstos pelos modelos matemáticos, dessa forma, é possível afirmar que o modelo K-M é representativo para caracterizar a transformação martensítica do aço estudo neste trabalho.

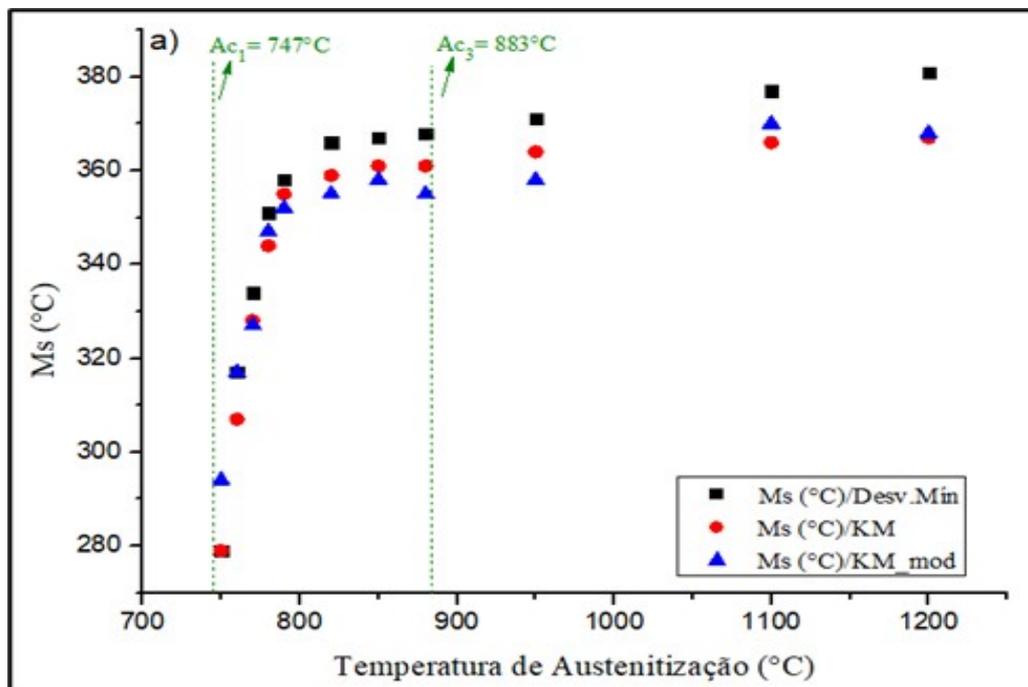
Como pode ser observado na Figura 53, ocorre um pequeno afastamento da curva modificada (azul) em relação aos dados experimentais determinados por dilatométrica (pontos vermelhos), assim, as temperaturas previstas pelos modelos são próximas daquelas medidas experimentalmente, sendo o modelo K-M aquele para o qual, se alcançou os resultados mais próximos para o aço estudado.

Tabela 20: Comparativo entre as temperaturas de início da transformação martensítica obtidas experimentalmente por dilatométrica e aquelas previstas pelos modelos matemáticos de previsão da cinética de transformação martensítica.

<b>Desvio mínimo, KM e KM_Mod</b>			
<b>Temperatura de Austenitização (°C)</b>	<b>M<sub>s</sub> (°C) /Desv.Mín</b>	<b>M<sub>s</sub> (°C) /KM</b>	<b>M<sub>s</sub> (°C) /KM_mod</b>
750°C	279	279	294
760°C	317	307	317
770°C	334	328	327
780°C	351	344	347
790°C	358	355	352
820°C	366	359	355
850°C	367	361	358
880°C	368	361	355
950°C	371	364	358
1100°C	377	366	370
1200°C	381	367	368

Fonte: Do Autor (2021).

Figura 53: Comparativo entre as temperaturas Ms experimentalmente determinadas por dilatométria e aquelas previstas pelos ajustes não lineares K-M e K-M modificado.



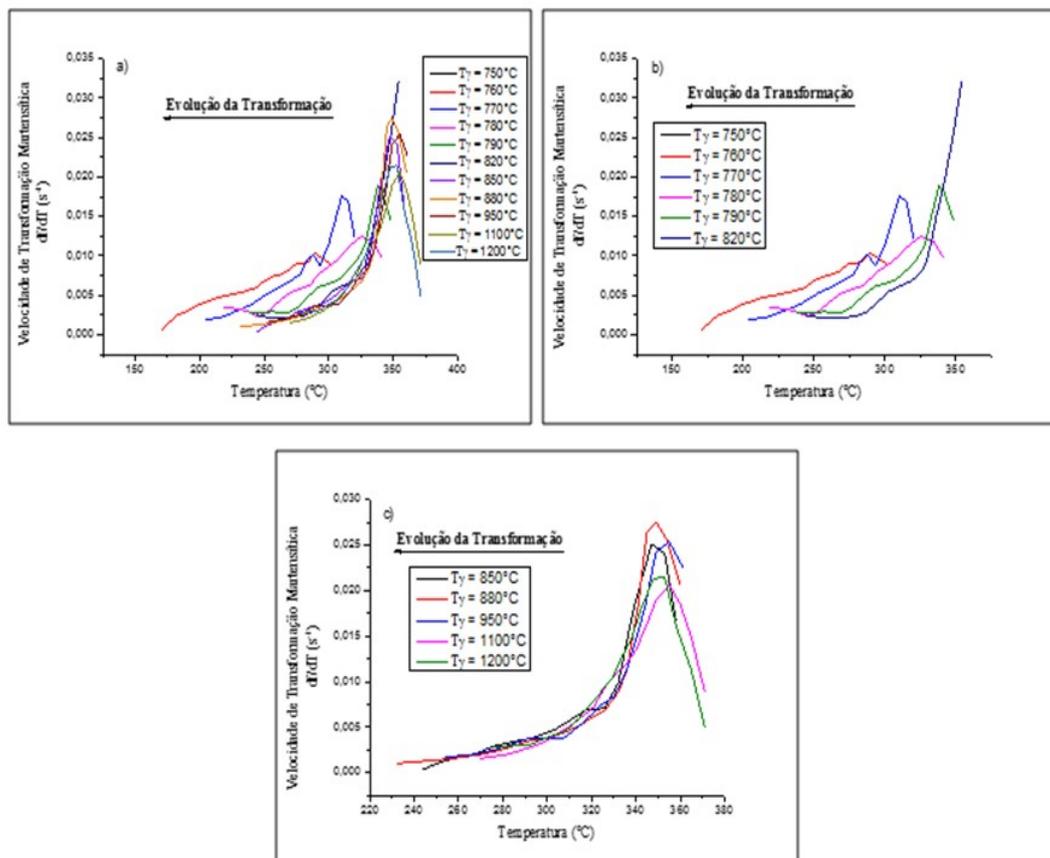
Fonte: Do Autor (2021).

Apesar de a transformação martensítica ser independente do tempo, é possível quantificar a velocidade (taxa) de transformação martensítica global do aço estudado em função da temperatura durante resfriamento contínuo a 100°C/s.

Como descrito no item 3.4.4 de Materiais e Métodos, a cinética de transformação martensítica foi determinada por meio do cálculo da derivada temporal da fração volumétrica da martensita ( $df/dt$ ) para diferentes situações no campo intercrítico, assim foi possível determinar um gráfico de velocidade de transformação martensítica versus temperatura como apresentado na Figura 54.

Figura 54: Velocidade de transformação martensítica em função da temperatura durante resfriamento contínuo a 100°C/s:

a) Todas as temperaturas, b) temperaturas de austenitização parcial e c) temperaturas de completa austenitização.



Fonte: Do Autor (2021).

No geral, percebe-se que o crescimento do grão austenítico tem pouca influência sobre a evolução da transformação martensítica, assim como discutido por Souza (2018), que obteve um resultado similar, e considerou dois pontos para justificar esse comportamento: sendo o primeiro relacionado aos contornos de grãos austeníticos não apresentarem uma disposição preferencial para a nucleação martensítica e o segundo devido à resistência da austenita remanescente à deformação para então ocorrer a evolução da transformação martensítica.

A transformação martensítica é caracterizada por um início relativamente abrupto (elevada velocidade próximo a  $M_s$ ). À medida que ocorre um super-resfriamento, a velocidade da transformação de fase começa a diminuir (diminuição da inclinação da curva) até atingir valores muito baixos próximos ao final da transformação. As elevadas taxas de transformação martensítica nos estágios iniciais é consequência direta do efeito autocatalítico, ou seja, os primeiros cristais de martensita, ao se formarem, acabam estimulando a nucleação de outros cristais em suas

vizinhanças. Quando a força motriz associada à formação de sítios autocatalíticos é maior do que a maioria das descontinuidades que causam a nucleação inicial da martensita, o primeiro núcleo formado atua como um gatilho e uma cadeia complexa de transformações tem início em curto intervalo de tempo. Na sequência da transformação, a diminuição da velocidade de transformação está associada ao fenômeno de estabilização mecânica da austenita (BOHEMEN e SIESTMA, 2014 e SOUZA *et al.*, 2020).

Além disso, é possível perceber que as amostras tratadas termicamente em maiores temperaturas de austenitização, Figura 54 (c), atingiram as maiores velocidades máximas de transformação (máxima inclinação das curvas). Quanto maior a temperatura de austenitização, maior é a fração de austenita disponível, assim como maiores são os seus grãos. Neste contexto, as energias de natureza contrária que se opõem à transformação martensítica são reduzidas localmente favorecendo a acomodação plástica de sua estrutura e também o efeito autocatalítico. Além disso, como já foi relatado, com o aumento da temperatura de austenitização intercrítica, há uma diminuição do teor de carbono na austenita. (BOHEMEN e SIESTMA, 2014 e SOUZA *et al.*, 2020).

O desenvolvimento da fração de fase austenítica transformada em martensita pode ser observada por dois efeitos diferentes: 1) introdução da austenita remanescente de defeitos, como por exemplo, discordâncias, que contribuem com a nucleação da martensita, de forma que a taxa de transformação aumenta com o aumento da fração transformada, processo conhecido como autocatalise; 2) aumento da resistência à deformação da austenita remanescente e conseqüentemente da energia concedida para deformá-la. Além disso a taxa de variação da energia livre de Gibbs pode diminuir com temperaturas mais baixas, sabendo que a taxa de nucleação é afetada pelo excesso da diferença da energia livre de Gibbs, ela diminuiria, e assim a velocidade de transformação também diminuiria (PHADHAM E ANSELL 1978).

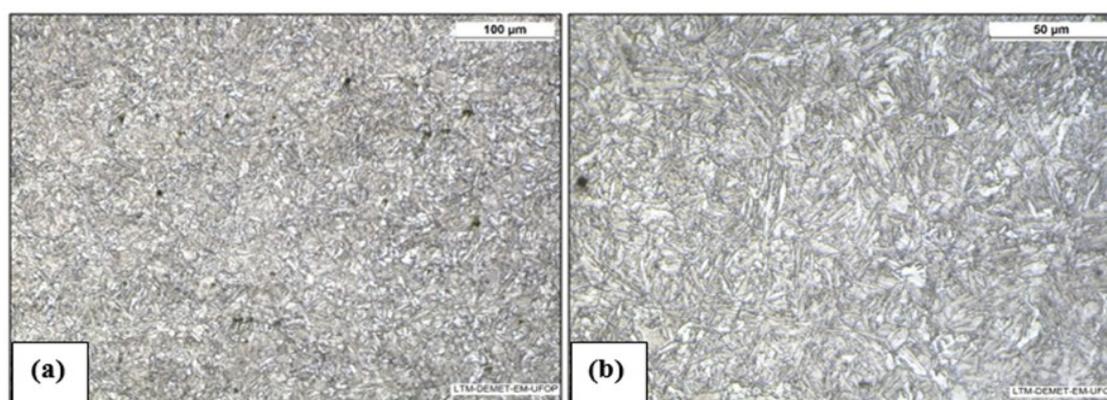
Zhou *et al.* (2018) investigaram o efeito de diferentes condições de temperatura de austenitização na transformação martensítica em um aço ferrítico modificado. Os autores descreveram que a temperatura de austenitização influenciou significativamente na termodinâmica e cinética da transformação martensítica. Segundo os autores, um aumento da temperatura de austenitização levou a um aumento de  $M_s$  e  $M_f$ , e sabendo da diferença entre as duas temperaturas, entenderam que o intervalo de temperatura para a formação da martensita aumentou com o aumento da temperatura de austenitização, que de acordo com os autores ocasionou no aumento do tempo de transformação e conseqüentemente em uma transformação martensítica mais longa.

De acordo com a pesquisa de Zhou *et al.*, (2018), a temperatura de início de transformação martensítica está associada a estabilidade da austenita super-resfriada, que é influenciada pelo tamanho de grão e composição química. Assim, o aumento da temperatura  $M_s$  foi ligada ao aumento do tamanho de grão austenítico, sendo este relacionado ao acréscimo da temperatura de austenitização. Porém, os autores descreveram que na temperatura de  $1200^\circ\text{C}$  ocorreu uma diminuição do tamanho do grão da austenita prévia, isso se deve a formação da ferrita delta. Portanto, a existência de limites de interface (austenita/ferrita delta) foi visto pelos pesquisadores como um fator principal para o início da transformação martensítica  $M_s$ , ao contrário do aumento do tamanho do grão (ZHOU *et al.*, 2018).

#### 4.4.6 Simulação Física de um Tratamento Térmico de Têmpera e Revenimento por Dilatometria

No intuito de comparar os resultados obtidos neste trabalho com as condições usualmente empregadas na indústria para a produção de tubos sem costura, via processo de laminação *Mannesmann*, foi simulado um tratamento térmico de têmpera e revenimento. O ciclo térmico consistiu no aquecimento da amostra até a temperatura de  $950^\circ\text{C}$  com uma taxa de aquecimento de  $3^\circ\text{C/s}$  e tempo de encharque de 5 minutos, seguido de um resfriamento acelerado a  $100^\circ\text{C/s}$  até a temperatura ambiente e revenido a  $650^\circ\text{C}$  por 30 minutos e resfriado a temperatura constante de  $3^\circ\text{C/s}$  até a temperatura ambiente. A Figura 55 mostra a microestrutura obtida, constituída por martensita revenida.

Figura 55: Microestrutura da martensita revenida obtida após tratamento térmico de têmpera e revenimento usualmente empregado na indústria. Seção Transversal – MO – (a) 200x, (b) 500x. Ataque: Nital 2%.



Fonte: Do Autor (2021).

Como descrito em Materiais e Métodos, esta amostra também foi submetida a ensaios de microdureza Vickers e os resultados obtidos nessa etapa são apresentados na Tabela 21.

Tabela 21: Microdureza Vickers da amostra submetida ao tratamento térmico de têmpera e revenimento usualmente empregado na indústria.

Microdureza Vickers da amostra temperada e revenida (HV)										
(HV)	270	273	272	277	271	269	278	263	271	273
<b>Média</b>	272									
<b>Desvio Padrão</b>	4									

Fonte: Do Autor (2021).

Observa-se que a microdureza média da microestrutura constituída por martensita revenida é consideravelmente menor do que todas as obtidas após tratamento térmico de austenitização intercrítica seguido de têmpera como mostrado na Figura 48. Sabe-se que a martensita revenida pode conferir a essa classe de aços resistência mecânica e tenacidade. Entretanto, muitos estudos com aços de alta resistência e microestruturas bifásicas, constituídas por ferrita e martensita, podem proporcionar igual, ou melhor relação, sendo a martensita principal responsável por conferir resistência mecânica e a ferrita, ductilidade, dessa forma o resultado de microdureza da martensita revenida mostra-se inferior ao obtido após tratamento térmico de austenitização intercrítica seguido de têmpera.

#### 4.5 Ensaio de Tração

Como descrito no tópico 3.5.1 de Materiais e Métodos, ensaios de tração foram realizados nas amostras tratadas termicamente para se determinar a curva de tensão *versus* deformação das condições avaliadas, a fim de se medir, para cada uma delas, propriedades mecânicas como o limite de escoamento, o limite de resistência, a razão elástica e o alongamento total. O material em seu estado de entrega também foi ensaiado por tração como uma referência do produto apenas como laminado e resfriado ao ar. Os resultados obtidos estão indicados na Tabela 22.

Tabela 22: Tensões e deformações características medidas por meio de ensaios de tração uniaxial para as condições avaliadas neste trabalho

Condição	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência (MPa)	Razão Elástica (LE/LR)	Deformação Total (%)	Redução de Área (%)
<b>Estado de Entrega</b>	469 ± 32	648 ± 7	0,72 ± 0,04	23 ± 1	64 ± 1
<b>Tratamento 1</b>	736 ± 12	808 ± 6	0,91 ± 0,01	17 ± 2	58 ± 3
<b>Tratamento 2</b>	878 ± 16	***	***	2,3 ± 0,2	7 ± 1
<b>Tratamento 3</b>	550 ± 6	666 ± 10	0,83 ± 0,01	30 ± 1	63 ± 2

Fonte: Do Autor (2022).

Ao analisar os resultados apresentados na Tabela 22 e também mostrados na Figura 56, a qual traz a comparação entre as tensões limite de escoamento, limite de resistência e razão elástica, é possível observar que a amostra no estado de entrega, como esperado, não apresentou resultados satisfatórios, uma vez que, apresentou os menores limites de escoamento e de resistência à tração. Considerando que o limite de escoamento mínimo, segundo a norma API 5CT para o grau K55, é de 379 MPa e o máximo é de 552 MPa, assim como o limite de resistência mínimo é de 655 MPa, pode-se afirmar que o material estudado em seu estado de entrega não atende requisitos de propriedades mecânicas para o referido grau. O tratamento térmico 1 (têmpera e revenimento convencional) apresentou bons resultados, no entanto, o limite de escoamento superou o valor máximo apontado pela norma API 5CT para o grau K55, assim como a razão elástica foi a que mais se aproximou de 1. Como se sabe, para aplicação na área de óleo e gás, quanto mais próximo de 1 for este valor, mais arriscado é, pois pode ocorrer colapso plástico da tubulação caso uma pequena sobrecarga seja acidentalmente aplicada (ISO/TR 10400, 2018).

O tratamento térmico 2 (têmpera após austenitização intercrítica), apesar de ter apresentado um valor de limite de escoamento de 878 MPa, superior aos valores mínimo e máximo da norma API 5CT para o grau K55, levou os seus corpos de prova a se romperem na região de deformação plástica uniforme, não sendo possível determinar o seu limite de resistência e, conseqüentemente, nem a sua razão elástica. A fratura ocorreu para uma tensão ligeiramente acima do limite de escoamento, praticamente sem que uma significativa deformação plástica acontecesse. Por isso, tanto a deformação total quanto a redução de área foram baixas, representando uma situação insegura para a aplicação visada. Apesar da significativa fração de ferrita não dissolvida na

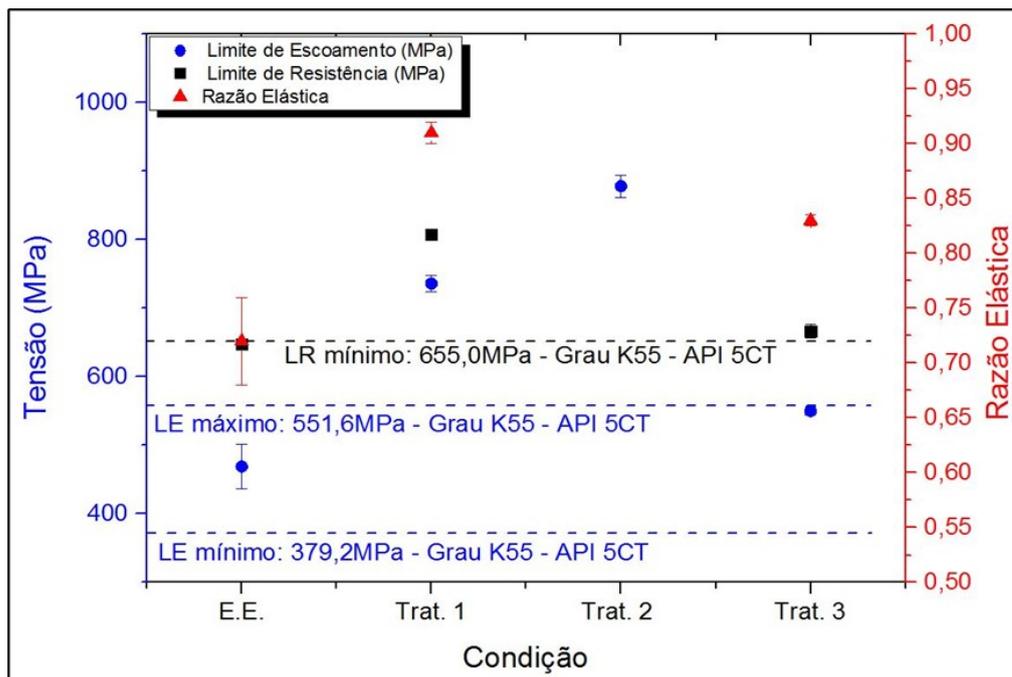
microestrutura (aproximadamente 30%), este comportamento pode ser explicado pelo fato da martensita formada neste aço, caso não seja revenida, ser muito dura e frágil.

Por fim, a condição de tratamento 3 foi definida como um tratamento térmico de austenitização intercristica seguido de têmpera em água e posterior revenimento. O revenimento tem como objetivo aliviar as tensões internas e atenuar a fragilidade da martensita. A depender da temperatura e do tempo de revenimento, além de promover alívio de tensões, este tratamento térmico pode promover uma parcial transformação de decomposição da martensita em finos cristais de ferrita e carbonetos, dando origem a uma microestrutura complexa denominada martensita revenida. Estruturas constituídas por martensita revenida são, em geral, mais tenazes do que aquelas formadas por martensita apenas temperada (CHIAVERINI, 2012).

Observando a Figura 56 é possível afirmar que o tratamento 3 propiciou valores de limite de escoamento e de resistência à tração que atendem aos requisitos para o grau K55, com importantes vantagens sobre o tratamento 1: i) Apesar das amostras submetidas ao tratamento 3 terem apresentado menores indicadores de resistência mecânica em relação ao tratamento 1, mas ainda assim atendendo à norma, percebe-se que elas possuem um valor médio de razão elástica menor do que o verificado para as amostras submetidas ao tratamento 1. Esta observação permite que se afirme que há menores chances de colapso plástico de tubulações do grau K55 submetidas ao tratamento 3, caso o dimensionamento de cargas do projeto seja feito de forma adequada, tomando como referência o limite de escoamento do material (GORNI *et al.*, 2002). ii) Os valores de deformação total e redução de área obtidos para as amostras submetidas ao tratamento 3 foram significativamente maiores do que aqueles medidos para as amostras tratadas na condição de tratamento 1. Por exemplo, percebe-se um aumento de aproximadamente 43% na deformação total obtida com o tratamento 3 em relação ao 1. O aumento dos indicadores de ductilidade (Figura 57), que provavelmente estão associados à significativa fração de ferrita não dissolvida, indicam a possibilidade de uma condição mais segura de aplicação para os tubos, uma vez que eles representam uma possível diminuição da probabilidade de ocorrência de uma falha catastrófica em serviço (HÜSEYİN; HAVVA; CEYLAN, 2010).

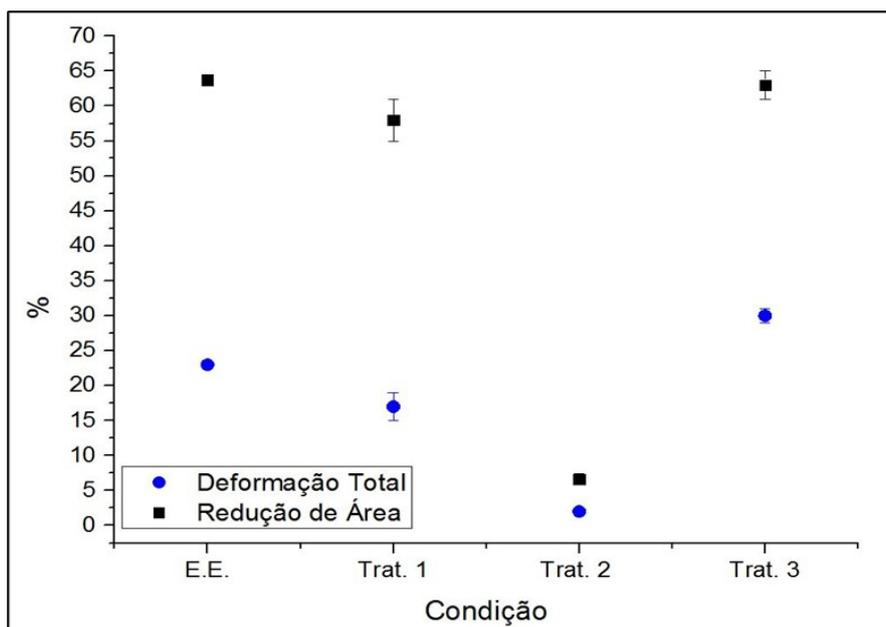
Neste contexto e, observando os requisitos de propriedades mecânicas em tração da norma API 5CT para o grau K55, pode-se dizer que a aplicação de tratamentos térmicos de têmpera e revenimento após austenitização intercristica possui potencial para o desenvolvimento de tubos de aço do grau K55 com boa relação entre resistência mecânica e ductilidade. Entretanto, deve-se destacar que, para o aço aqui estudado, a utilização de tratamentos térmicos de têmpera após austenitização intercristica, sem revenimento, configura uma condição insegura para aplicação visada considerando os baixos indicadores de ductilidade medidos neste estudo.

Figura 56: Comparação entre as tensões limite de escoamento (LE), limite de resistência (LR) e razão elástica medidas para as condições avaliadas neste trabalho.



Fonte: Do Autor (2022).

Figura 57: Comparação entre a deformação total e a redução de área medidas para as condições avaliadas neste trabalho.

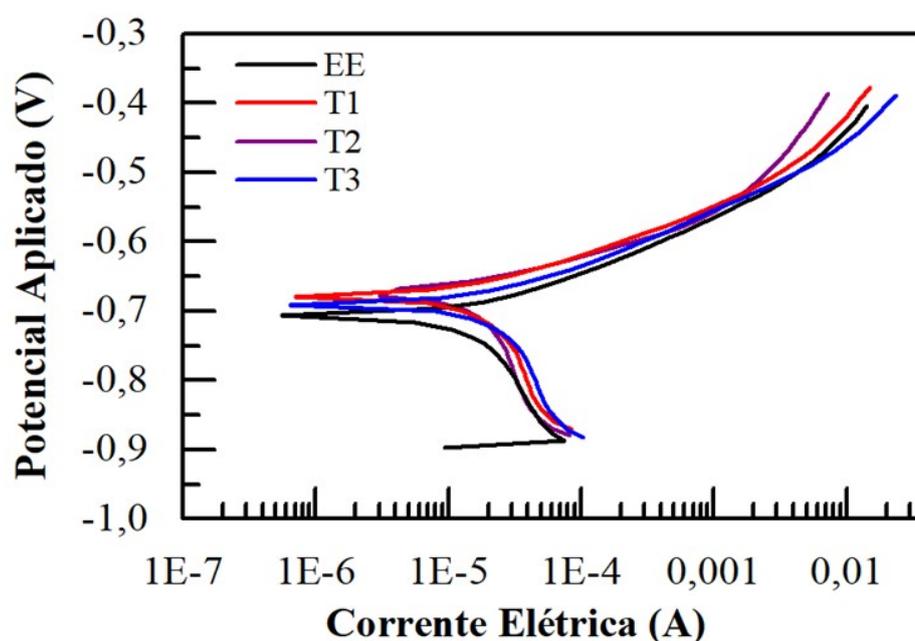


Fonte: Do Autor (2022).

#### 4.6 Ensaio de Corrosão

Como abordado anteriormente no tópico 3.5.2 de Materiais e Métodos, os ensaios de corrosão foram realizados para avaliar o desempenho em corrosão das condições apresentadas na Tabela 12, assim, curvas de polarização anódica potenciodinâmica foram obtidas e estão representadas na Figura 58. Os resultados obtidos para potencial de corrosão e taxa de corrosão estão indicados na Tabela 23.

Figura 58: Curvas de polarização potenciodinâmica das amostras no estado de entrega e para diferentes tratamentos térmicos (T1, T2 e T3).



Fonte: Do Autor (2021).

Os resultados para avaliação comparativa do desempenho em corrosão em relação ao eletrodo prata/cloreto de prata em solução 3,5% de NaCl são mostrados na Tabela 23. Os dados da Tabela 23 foram obtidos pela extrapolação de Tafel das curvas de polarização anódica potenciodinâmica apresentadas na Figura 58 (WOLYNEC STEPHAN, 2013).

Tabela 23: Resultados de potencial de corrosão e da taxa de corrosão para as amostras no Estado de Entrega (EE) e as Termicamente Tratadas (T1, T2 e T3).

Amostra	Microestrutura	Ecorr (mV)	Icorr ( $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ )
EE	34% de Ferrita e 66% de Perlita	$676 \pm 46$	$16,98 \pm 4,49$
T1	100% de Martensita Revenida	$687 \pm 35$	$15,85 \pm 3,50$
T2	29% de Ferrita e 71% de Martensita	$661 \pm 47$	$17,81 \pm 0,17$
T3	29% de Ferrita e 71% de Martensita Revenida	$644 \pm 50$	$27,65 \pm 4,94$

Fonte: Do Autor (2021).

Como abordado na revisão bibliográfica deste trabalho, o comportamento em corrosão dos aços é afetado pela sua constituição microestrutural. Neste contexto, há trabalhos que mostram que os tipos de constituintes, assim como as suas frações são alguns destes fatores, mas não os únicos, pois, principalmente em aços não inoxidáveis, a densidade de descontinuidades estruturais, assim como a composição química local das fases e constituintes também podem ter significativa influência. Portanto, para que a relação microestrutura-corrosão seja feita de forma adequada, é necessário que estudos sistemáticos sejam feitos, geralmente isolando o efeito de uma única variável que se deseje investigar (SARKAR *et al.*, 2005; KUMAR *et al.*, 2019 e NADLENE *et al.*, 2011).

No presente trabalho, a avaliação de desempenho em corrosão não foi feita com este objetivo de se descrever e comprovar mecanismos, mas, apenas de avaliar se as alterações microestruturais, de forma geral, iriam, comparativamente, promover significativo efeito no comportamento em corrosão do aço estudado. Como os tratamentos térmicos aqui avaliados não promoveram a variação sistemática de apenas uma característica microestrutural, mas sim de diversas (tipo de constituintes, fração de constituintes, composição química de constituintes, precipitação de carbonetos, alteração de densidade de discordâncias), não foi possível estabelecer, com precisão, relações de causa e efeito, mas apenas executar uma discussão com possíveis hipóteses que poderiam ser verificadas de forma mais aprofundada em um trabalho futuro com foco exclusivo no desempenho em corrosão deste aço.

Ao se observar os resultados obtidos (Figura 58 e Tabela 23) observa-se que as taxas de corrosão das amostras no estado de entrega (EE), do tratamento térmico (T1), do tratamento térmico

(T2) e também do tratamento térmico (T3) apresentaram resultados, relativamente, semelhantes apesar das características microestruturais particulares de cada amostra.

Atualmente há pouca literatura disponível correlacionando microestrutura em aços semelhantes ao API 5CT grau K55 objeto de estudo deste trabalho. Muitos trabalhos abordam estudos de corrosão em aços inoxidáveis, portanto, reforça-se que no presente trabalho, os ensaios de corrosão foram feitos apenas com o objetivo de comparar desempenhos em corrosão e verificar se há uma grande diferença de comportamento em corrosão ou não entre os cenários avaliados. Assim, é possível concluir que, o tratamento térmico T3 apresentou o desempenho mecânico mais interessante sob o aspecto mecânico, porém, obteve uma perda de desempenho em corrosão. Uma hipótese para isso seria que a martensita da amostra T3 apresenta um teor de carbono significativamente maior do que a da amostra T1, consequência da austenitização intercrítica. Logo, quando T3 é temperada,  $M_s$  é menor e os cristais de martensita serão mais refinados do que a amostra T1. Desta forma, por um lado, a amostra T3 tem a ferrita que, segundo a literatura contribui para o desempenho em corrosão em relação à martensita, mas, por outro lado, há a presença da martensita mais refinada e rica em carbono. Como a amostra T3 foi revenida e, sendo a sua martensita a mais refinada (maior densidade de interfaces) assim como a mais rica em carbono, ela teria maior suscetibilidade à precipitação de carbonetos muito refinados e dispersos, piorando o seu desempenho em corrosão de T3 (AWHEME O. *et al.*, 2018). A amostra T2 também foi submetida à têmpera após austenitização intercrítica, porém não foi revenida. Portanto, após a têmpera, sua microestrutura seria idêntica à da condição T3. Entretanto, como esta amostra não foi revenida, não teria ocorrido a precipitação de carbonetos, justificando o seu melhor desempenho em relação à amostra T3. Este resultado está em acordo com AWHEME O. *et al.* (2018).

Ainda é possível observar que, T3 apresenta pior desempenho em corrosão em relação a T1. Segundo diversos autores, ao se fazer um estudo sistemático de tratamentos térmicos de têmpera, para muitos aços, quanto menor a fração de martensita na microestrutura, melhor é o desempenho em corrosão dos mesmos (SARKAR *et al.*, 2005; KUMAR *et al.*, 2019 e NADLENE *et al.*, 2011). Entretanto, aqui neste trabalho, apesar da amostra T1 ser completamente martensítica, ela apresentou melhor desempenho em corrosão do que a amostra T3. Entretanto, não se pode esquecer que tanto a amostra T1 quanto a amostra T3 foram revenidas e que, o teor de carbono da martensita da amostra T3, assim como, o seu refino microestrutural, são maiores. Ambos os fatores afetam fortemente a cinética de precipitação de carbonetos no revenimento, levando, provavelmente, as distribuições com diferentes características. Supõe-se que esta diferença de características de

distribuição de carbonetos no revenimento seja uma possível hipótese para explicar a diferença de comportamento em corrosão, devendo ela ser melhor investigada em trabalhos futuros.

Ao se comparar as amostras T1 (100% martensítica com revenimento) e T2 (ferrita/martensita sem revenimento) pode-se notar que a amostra 100% martensítica e revenida teve um desempenho parecido com a T2 que é ferrita/martensita sem revenimento. Observa-se na Tabela 23 que a amostra T2 ainda é majoritariamente martensítica e com o aumento da fração de ferrita era esperado que a amostra tivesse um desempenho melhor do que a T1. Mas a amostra T1 foi completamente austenitizada, então a martensita formada na amostra é empobrecida em carbono em relação a martensita da T2, assim sendo, os cristais de martensita da amostra T1 são mais grosseiros do que a da T2. Essa hipótese pode ser considerada, pois quanto menos interfaces, a princípio, melhor o desempenho em corrosão. Além disso, como a martensita é mais pobre em carbono, no revenimento, provavelmente haverá uma menor fração de carbonetos sendo precipitados. Carbonetos precipitados no revenimento, segundo alguns autores, pioram o desempenho em corrosão de aços não inoxidáveis (AWHEME O. *et al.*, 2018).

## 5 CONCLUSÕES

Para o aço estudado neste trabalho, com composição química que atende aos requisitos API-5CT grau K55, pode-se concluir que:

As temperaturas críticas de austenitização são i) no equilíbrio,  $A_{c1}=705^{\circ}\text{C}$  e  $A_{c3}=801^{\circ}\text{C}$ ; ii) fora do equilíbrio, para uma taxa de aquecimento de  $3^{\circ}\text{C/s}$ ,  $A_{c1}=747^{\circ}\text{C}$  e  $A_{c3}=883^{\circ}\text{C}$ . Neste contexto, considerando um tempo de encharque de cinco minutos, condição de quase-equilíbrio para as dimensões do corpo de prova estudado, a faixa de temperatura de austenitização intercrítica está compreendida entre  $750^{\circ}\text{C}$  e  $820^{\circ}\text{C}$ , sendo a máxima fração possível de ferrita primária não transformada (aproximadamente 34%) obtida na austenitização a  $750^{\circ}\text{C}$ .

Com o aumento da temperatura de austenitização intercrítica, verificou-se, após a têmpera, um aumento da fração de martensita e, conseqüentemente, da microdureza Vickers do material. Nas condições estudadas, a completa austenitização se deu a partir de  $820^{\circ}\text{C}$ . Na região intercrítica houve um significativo aumento das temperaturas  $M_s$  e  $M_f$  com o incremento da temperatura de austenitização. Os principais fatores que explicam este comportamento são a diminuição da concentração de carbono e de descontinuidades estruturais na austenita. Uma equação de previsibilidade foi proposta de forma bem-sucedida com o objetivo de descrever quantitativamente as variações das temperaturas  $M_s$  e  $M_f$  como função da temperatura de austenitização intercrítica.

Em relação à cinética de transformação martensítica, foi possível concluir que o efeito autocatalítico no início da transformação é mais atuante quanto maior a temperatura de austenitização intercrítica. Isto se deve ao fato de que, neste sentido, há um aumento tanto da fração quanto do tamanho dos grãos austeníticos. Para temperaturas de austenitização relativamente baixas, as restrições às deformações plásticas e elásticas restringem o fenômeno da autocatálise. Tanto o modelo KM quanto o modelo KM-modificado tiveram boa aderência aos dados cinéticos experimentais, sendo propostas então, constantes de ajustes que podem ser utilizadas para se modelar a cinética de transformação martensítica neste aço em diferentes condições de austenitização intercrítica.

Acerca dos ensaios de tração, é possível afirmar que o tratamento 3 propiciou valores de limite de escoamento e de resistência à tração que atendem aos requisitos para o grau K55, com importantes vantagens sobre o tratamento 1. Apesar das amostras submetidas ao tratamento 3 terem apresentado menores indicadores de resistência mecânica em relação ao tratamento 1, mas ainda assim atendendo à norma, elas apresentaram os melhores indicadores de ductilidade. Os menores

valores de razão elástica foram obtidos para o tratamento 3, esta observação permite que se afirme que há menores chances de colapso plástico de tubulações do grau K55 submetidas ao tratamento 3. Dessa forma, pode-se dizer que a aplicação de tratamentos térmicos de têmpera e revenimento após austenitização intercrítica possuem bom potencial para o desenvolvimento de tubos de aço do grau K55 com boa relação entre resistência mecânica e ductilidade. Entretanto, deve-se destacar que, para o aço aqui estudado, a utilização de tratamentos térmicos de têmpera após austenitização intercrítica, sem revenimento, configura uma condição insegura para aplicação visada considerando os baixos indicadores de ductilidade medidos neste estudo.

De acordo com os resultados dos ensaios de corrosão, é possível concluir que, o tratamento térmico T3 apresentou o desempenho mecânico mais interessante sob o aspecto mecânico, porém, obteve uma perda de desempenho em corrosão. Uma hipótese para isso seria que a martensita da amostra T3 é mais refinada e apresenta um teor de carbono significativamente maior do que da amostra T1. Portanto, ao ser revenida, a precipitação de carbonetos associada a elevada densidade de interfaces teria levado à piora do seu desempenho em corrosão. A amostra T2 apresentou um comportamento melhor do que a T3, pois apesar de, após a têmpera ela ter apresentado microestrutura muito semelhante à T3, ela não foi revenida. Essa hipótese pode ser considerada, pois quanto menos interfaces, a princípio, melhor o desempenho em corrosão.

## SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

O presente trabalho poderá ser complementado com alguns estudos que não foram abordados, como sugestão estão os seguintes tópicos:

- 1) Avaliar o efeito dos tratamentos térmicos sobre ensaios mecânicos de tenacidade à fratura e impacto (Charpy);
- 2) Avaliar o efeito das condições de revenimento, variando-se o tempo e a temperatura, sobre o comportamento mecânico e de corrosão do aço estudado;
- 3) Realizar um estudo sistemático relacionando diferentes frações de martensita ao desempenho em corrosão do aço estudado;
- 4) Realizar um estudo sistemático relacionando diferentes condições de revenimento ao desempenho em corrosão do aço estudado;
- 5) Avaliar por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) a microestrutura das amostras dos ensaios de corrosão.

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABEDINI O.; BEHROOZI M.; MARASHI P.; RANJBARNODEH E.; POURANVARI M.; **Intercritical Heat Treatment Temperature Dependence of Mechanical Properties and Corrosion Resistance of Dual Phase Steel**. Materials Research. 2019; Department of Mining and Metallurgical Engineering, Amirkabir University of Technology, 159163- 4311, 424 Hafez Ave, Tehran, Iran, 2019.

**American Petroleum Institute. Specification for Line Pipe**. ANSI/API Specification 5L 46th. Washington: American Petroleum Institute; 2018.

ANDREWS, K. **Empirical formulae for calculation of some transformation temperatures**. Iron and Steel Institute, v. 203, pp. 721–727, 1965.

ANP – **Agência Nacional do Petróleo Gás Natural e Biocombustíveis**. Disponível em: <<http://www.anp.gov.br/dados-estatisticos>>. Acesso em 10 de maio de 2021.

API – **AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE – API SPECIFICATION 5CT: Specification for casing and tubing**. 9. ed. 2012.

API ORG – **AMERICAM PETROLEUM INSTITUTE**. Disponível em <<https://www.api.org/products-and-services/pt/standards>>. Acesso em 23 de jun. de 2021.

API Specification ISO 11960:2011 Petroleum and natural gas industries — **Steel Pipes For Use as Casing or Tubing for Wells 5CT**, 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT) – **NBR-ISO-6892. Materiais Metálicos – Ensaio de Tração à Temperatura Ambiente**, Brasil, 1998.

ASTM E112-13. **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013.

ASTM E1245 – **Standard Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis**, 2016.

ASTM E3-11 **Guia Padrão Para Preparação De Amostras Metalográficas**, 2011.

ASTM E3-11, **Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens**, ASTM – American Society for Testing and Materials, 2017.

ASTM E8 / E8M-21, **Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2021.

ASTM E92-17, **Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials**, ASTM – American Society for Testing and Materials, 2017.

ASTM G5-94, **Standard Reference Test Method for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements**, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011.

ASTM Standard E 562, **Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count**, ASTM International, West Conshohocken, PA, EUA 2002.

AWHEME O., UNUEROH G. U. e I. M. IBRAHIM I. M.; **THE EFFECT OF TEMPERING TEMPERATURE ON CORROSION OF AISI 1045 STEEL IN 1M SODIUM CHLORIDE ENVIRONMENT**; Nigerian Journal of Technology (NIJOTECH), 2018.

BANADKOUKI GHASEMI S. S. E FEREIDUNI E. **Effect of prior austenite carbon partitioning on martensite hardening variation in a low alloy ferrite–martensite dual phase steel**. Materials Science and Engineering: A Volume 619, 1 December 2014.

BARROS A. L. **Corrosão dos aços SAE 1010, API K55 e API N80 na presença de CO<sub>2</sub> em condições de armazenamento geológico de carbono**. (Doutorado). Engenharia e tecnologia de materiais, Pontífica Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Rio Grande do Sul, 2015.

BHADESHIA, H. K. D. H. **Modeling of steel welds**. Materials Science and Technology, v. 8, p. 123-133, 1992.

BHADESHIA, H. K. D. H.; HONEYCOMBE, R. W. K. **Steels. Microstructure and Properties**, v. 344, 2006.

BHADESHIA H. K. D. H., HONEYCOMBE R. **Steels – Microstructure and Properties**. Elsevier, 2017.

BHAGAVATHI L. R.; CHAUDHARI G. P.; NATH S.K. **Mechanical And Corrosion Behavior Of Plain Low Carbon Dual-Phase Steels**. Materials & Design 2011; Department of Metallurgical and Materials Engineering, Indian Institute of Technology, Roorkee, India, 2010.

CALLISTER, W. D. Jr. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002.

BOHEMEN, S.; SIESTMA, J. **Kinetics of martensite formation in plain carbon steels: critical assessment of possible influence of austenite grain boundaries and autocatalysis**. Materials science and technology, v.30, p.1024-1033, 2014.

CALLISTER W. J.; RETHWISCH D. **Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais – Uma Abordagem Integrada**. 5<sup>o</sup> Edição, 2020.

CARVALHO, F. L. **Influência do tamanho de grão austenítico na resistência à corrosão sob tensão de aços para aplicação sour service**. 127f. Tese (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) – Escola de Engenharia da UFMG, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.

CELADA-CASERO CAROLA, SIETSMA JILT, SANTOFIMIA MARIA JESUS, **The role of the austenite grain size in the martensitic transformation in low carbon steels**, Materials & Design, Volume 167, 2019.

CENTENO D. M. A. – **Estudo das Microestruturas e Propriedades Obtidas Por Tratamentos Intercríticos e Por Tratamento de Estampagem a Quente em um Aço Dual Phase Classe 600** –

TESE ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO – SÃO PAULO – SP, 2018.

CHIAVERINI, VICENTE. **Aços e Ferros Fundidos**. 7. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM, 2012.

CIRIMELLO P. G.; OTEGUI J. L.; CARFI G.; MORRIS W. **Failure And Integrity Analysis Of Casings Used For Oil Well Drilling**. Engineering Failure Analysis. Volume 75, 2017.

COTA, A. B.; LACERDA, C. A. M.; OLIVEIRA, F. L. G.; ARAÚJO, F. G. S. **Influência da temperatura de austenitização sobre a cinética de formação da ferrita em um aço microligado com Nb**. REM – Revista Escola de Minas, Ouro Preto, v. 55, n. 4, p.273-277, 2002.

CHRISTIAN J. W. **Kinetics of Martensitic Transformations. The Theory of Transformations in Metals and Alloys** Pergamon, Oxford 2002.

DAS, D.; CHATTOPADHYAY, P. P. **Influence Of Martensite Morphology On The Work-Hardening Behavior Of High Strength Ferrite-Martensite Dual-Phase Steel**. Journal of Materials Science, v. 44, n. 11, p. 2957–2965, 2009.

DE ANDRES, C. G.; CABALLERO, F. G.; CAPDEVILA, C.; ALVARES, L. F. **Application of dilatometric analysis to the study of solid–solid phase transformations in steels**. Materials Characterization, v. 48, n. 1, p. 101-111, 2002.

DULUCHEANU C., SEVERIN T. L., POTORAC A., IRIMESCU L. **Critical points in solid-state phase transformation of a steel with 0.087% C and 0.511% Mn, determined through dilatometric analyses** Bulgarian Chemical Communications, Volume 50, Special Issue G (pp. 158 – 164) University Stefan cel Mare, Suceava, Faculty of Mechanical Engineering, Mechatronics and Management, Department of Mechanics and Technologies, 13 University Street, 720229 Suceava, Romania, 2018.

ELRAMADY A. G. **The Effect Of Various Deformation Processes On The Corrosion Behavior Of Casing And Tubing Carbon Steels In Sweet Environment**. TESE Colorado School of Mines – Golden, Colorado jan. 2015.

ENTWISLE A. R. **The kinetics of martensite formation in steel** Metall Mater Trans., 1971.

EPP J.; HIRSCH T.; CURFS C. **In Situ X-Ray diffraction analysis of carbon partitioning during quenching of low carbon steel**. Metallurgical and Materials Transactions A., 2012.

ERIŞİR, E.; BILIR, O. G. **Effect of Intercritical Annealing Temperature on Martensite and Bainite Start Temperatures After Partial Austenitization**. JOM., 2016.

FARIA G. L., GODEFROID L. B., NUNES I. P., LACERDA J. C., **Effect of martensite volume fraction on the mechanical behavior of an UNS S41003 dual-phase stainless steel**, Materials Science and Engineering: A., 2020.

FONSTEIN, N. **Chapter 2: Main Features of Heat Treatment from Intercritical Region**. In: Advanced High Strength Sheet Steels. Springer, Cham, 2015.

FRANÇA, E. O. **Caracterizações Microestrutural e Mecânica dos Aços ARBL graus 95 e 110**, 2015 p. 21-25 Dissertação (Mestrado) Universidade de São Paulo, Escola de Engenharia de Lorena, Lorena SP, 2015.

GAO G.; ZHANG H.; GUI X.; LUO P.; TAN Z.; BAI B. **Enhanced Ductility And Toughness In An Ultrahigh-Strength Mn–Si–Cr–C Steel: The Great Potential Of Ultrafine Filmly Retained Austenite**. Acta Materialia, 2014.

GAO, Q.; LIU, Y.; DI, X.; YU, L.; YAN, Z. **Martensite transformation in the modified high Cr ferritic heat-resistant steel during continuous cooling**. Journal of Materials Research, 2012.

GARCÍA-JUNCEDA, A.; CAPDEVILA, C.; CABALLERO, F.G.; C. ANDRÉS, García de. **Dependence of martensite start temperature on fine austenite grain size**, Scripta Materialia, 2008.

GODEFROID, LEONARDO BARBOSA; SENA, BETÂNIA MENDES; TRINDADE FILHO, VICENTE BRAZ DA. UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO, BRASIL **Evaluation of Microstructure and Mechanical Properties of Seamless Steel Pipes API 5L Type Obtained by Different Processes of Heat Treatments**. Materials Research-Ibero-american Journal of Materials, 2017.

GOLAŃSKI, G.; KUPCZYK, J. **The influence of austenitization on grain size and mechanical properties of regenerative G21CrMoV4–6 cast steel**. Archives of Materials Science, 2008.

GORNI A. A.; FREITAS F. V.; REIS J. S. S.; SILVEIRA J. H. D.; CAVALCANTI C. G. **Fatores que afetam a razão elástica de chapas grossas de aço microligado**. 39º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, Ouro Preto MG, 2002.

GORNI, ANTONIO AUGUSTO. **Aços avançados de alta resistência: microestrutura e propriedades mecânicas**. Corte e Conformação de Metais, 2008.

HEINZE, C; PITTNER, A.; RETHMEIER, M.; BABU, S. S. **Dependency of martensite start temperature on prior austenite grain size and its influence on welding-induced residual stresses**. Computational materials science, 2013.

HENRY OVRI MONDE; KAMMA CELESTINE **Evaluation of the Transformation Mechanisms and Mechanical Properties of Ferrite – Martensite Microalloyed Steels**. Materials Research, 2008.

HU J.; DU L.; XIE H., GAO X.; MISRA R.D.K. **Microstructure and Mechanical Properties of TMCP Heavy Plate Microalloyed Steel**. Materials Science and Engineering, 2014.

HÜSEYİN A.; HAVVA K. Z.; CEYLAN K. **Effect of Intercritical Annealing Parameters on Dual Phase Behavior of Commercial Low-Alloyed Steels**, Journal of Iron and Steel Research, International, 2010.

HYZAK J. M., BERNSTEIN I. M. **The role of microstructure on the strength and toughness of fully pearlitic steels**. Metallurgical Transactions A., 1976.

IBGE – **Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística**. Disponível em <[https://biblioteca.ibge.gov.br/visualizacao/periodicos/2121/cnt\\_2015\\_4tri.pdf](https://biblioteca.ibge.gov.br/visualizacao/periodicos/2121/cnt_2015_4tri.pdf)>. Acesso em 15 de jun. de 2021.

IBP – **Instituto Brasileiro de Petróleo e Gás**. Disponível em <<https://www.ibp.org.br/>>. Acesso em 10 de maio de 2021.

ISHIDA, K. **Calculation of the effect of alloying elements on the Ms temperature in steels**. Journal of Alloys and Compounds, 1995.

ISO/TR 10400 **Petroleum and natural gas industries – Formulae and calculations for the properties of casing, tubing, drill pipe and line pipe used as casing or tubing (ISO/TR 10400:2018)**.

KALASHAMIA, A; KERMANPURA, A.; NAJAFIZADEHA, A.; MAZAHERI, Y., **Correlation of microstructure and strain hardening behavior in the ultrafine-grained Nb-bearing dual phase steels**, Materials Science & Engineering, 2016.

KHAN S., BHADSHIA H. K. **Cinética da transformação martensítica em aço 300M parcialmente bainítico**. Mater Sci Eng A. 1990.

KHLUSOVA, E.; KRUGLOVA, A.; ORLOV, V. **Effect of chemical composition and heat and strain treatment on austenite grain size in low-carbon steel**. Metal Science & Heat Treatment, 2007.

KLEVER F. J. E TAMANO T. **A New OCTG Strength Equation for Collapse Under Combined Loads** Paper presented at the SPE Annual Technical Conference and Exhibition, Houston, Texas, 2004.

KOISTINEN, D. P; MARBURGER, R. E. **A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron carbon alloy and plain carbon steels**. Acta Metallurgica, 1959.

KRAUSS, GEORGE. **Martensite in steel: strength and structure**. Materials science and engineering A, 1999.

KRAUSS, G. **Steels: Processing, Structure, anti performance**. 3° Edition. Ohio: ASM International, 2005.

KUMAR S.; KUMAR A.; VINAYA; MADHUSUDHAN R.; RAMESHWAR S.; MANJINI S. **Mechanical and Electrochemical Behavior of Dual-Phase Steels Having Varying Ferrite-Martensite Volume Fractions** J. of Materials Engineering and Performance, 2019.

KUNG, CY, RAYMENT, JJ. **An Examination of the Validity of Existing Empirical Formulae for the Calculation of Ms Temperature**. Metall Mater Trans A, 1982.

LEE, S. J.; LEE, Y. K. **5th Pacific Rim Int. Conf. Advanced Materials and Processing**. Beijing, China, 2004.

LEE, S. J.; LEE, Y. K. **Finite element simulation of quench distortion in a low-alloy steel incorporating transformation kinetics.** Acta Materialia, 2008.

LEE, S. J.; VAN TYNE, J. **A kinetics model for martensite transformation in plain carbon and low-alloyed steels.** Metallurgical and Materials Transactions A, 2012.

LEE, S.; DE COOMAN, B. C. **On the selection of the optimal intercritical annealing temperature for medium Mn TRIP steel.** Metallurgical and Materials Transactions A, 2013.

MARDER A. R., BRAMFITT B. L. **The effect of morphology on the strength of pearlite.** Metallurgical Transactions A. 1976.

MARTINS, P. G. M.; FARIA G. L.; GODEFROID L. B.; COSTA R. T. **Utilização de um ataque por imersão na caracterização da influência da temperatura e do tempo de austenitização sobre o tamanho de grão austenítico e morfologia da martensita em um aço do tipo ABNT1045,** 2014.

MATAS, S.; HEHEMANN, R. **Retained Austenite and the Tempering of Martensite.** Nature 187, 1960.

**Materials Eng. - Strength-Toughness.** Disponível em: [http://www-materials.eng.cam.ac.uk/mpsite/interactive\\_charts/strength-toughness/NS6Chart.html](http://www-materials.eng.cam.ac.uk/mpsite/interactive_charts/strength-toughness/NS6Chart.html)>. Acesso em 13 de jul. de 2021.

MATLOCK DAVID K., DE MOOR SINGON KANG EMMANUEL, SPEER JOHN G., **Applications of rapid thermal processing to advanced high strength sheet steel developments,** Materials Characterization, 2020.

MEDEIROS J. G. **Corrosão do Aço API K55 Causada por Salmouras de Cloreto de Sódio Utilizadas na Indústria de Petróleo.** Dissertação (Mestrado) Universidade Federal do Rio Grande do Norte – Centro de Tecnologia; Departamento de Engenharia Química; Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, 2019.

MOTODA K. **Effect of prior austenite grain size on sulfide stress corrosion cracking susceptibility of Cr-Mo-steels.** Transactions ISIJ; 1983.

MOVAHED, P.; KOLAHGAR, S.; MARASHI, SPH.; POURANVARI, M.; PARVIN, N. **The effect of intercritical heat treatment temperature on the tensile properties and work hardening behavior of ferrite–martensite dual phase steel sheets.** Materials Science and Engineering: A, 2009.

NADLENE R.; ESAH H.; S. NORLIANA S.; MOHD IRWAN M. A. – **Study on the Effect of Volume Fraction of Dual Phase Steel to Corrosion Behaviour and Hardness** – World Academy of Science, Engineering and Technology, 2011.

NIKOOSOHBAT F.; KHEIRANDISH S.; GOODARZI M.; POURANVARI M.; MARASHI S. P. H. **Microstructure And Failure Behaviour Of Resistance Spot Welded DP980 Dual Phase Steel.** Fonte: Materials Science & Technology, 2010.

NUNES I. P.; FARIA. G. L.; LACERDA J. C.; GODEFROID L. B. **Influência de Tratamentos Térmicos de Têmpera com Austenitização Intercrítica no Comportamento Mecânico de um Aço Inoxidável Ferrítico do Tipo UNS s41003** – 74º Congresso Anual ABM WEEK, 2019.

OFFERMAN S. E., WILDEREN L. J. G. W. V., D. I. J. K N. H. V., SIETSMA J., REKVELDT M. T. H., ZWAAG S. V. D. **In-situ study of pearlite nucleation and growth during isothermal austenite decomposition in nearly eutectoid steel.** Acta Materialia. 2003.

PAPAVINASAM, S. **Corrosion Control in the Oil and Gas Industry.** Waltham: Gulf Professional Publishing imprinting of Elsevier, 2014.

PAWŁOWSKI, B.; BAŁA, P.; DZIURKA, R. **Improper interpretation of dilatometric data for cooling transformation in steels.** Archives of Metallurgy and Materials, 2014.

PHADHAM, R.; ANSELL, G. **Kinetics of the martensite transformation in athermal Fe-C-Ni-Cr alloys.** Metallurgical transactions A, 1978.

PIMENTA, Natália Aparecida Barbosa. **Caracterização da austenitização intercrítica como etapa antecedente a um tratamento de têmpera e partição (Q&P) aplicado a um aço comercial de aplicação automotiva.** 2021. 144 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Escola de Minas, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2021.

PIMENTA, N. A. B., Magalhães, C. H. X. M., Campos, P. H. K., & de Faria, G. L. **Efeitos de tratamentos térmicos de têmpera com austenitização intercrítica na microestrutura, partição de elementos e temperatura Ms em um aço TRIP780.** Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração, 2021.

PORTER, David A.; EASTERLING, Kenneth E. **Phase transformations in metals and alloys.** CRC press, 2021.

RAMOS L. F.; MATLOCK D. K.; KRAUSS G. **On the Deformation Behavior of Dual-Phase Steels.** Met. Trans. A, 1979.

RENPU, W. **Advanced Well Completion Engineering.** Waltham: Gulf Professional Publishing imprinting of Elsevier, 2011.

RODRIGUES K. F., FARIA G. L. **Characterization and Prediction of Continuous Cooling Transformations in Rail Steels.** Materials Research, 2021.

RODRIGUES, Karine F.; MOURÃO, Gabriel MM; FARIA, Geraldo L. **Kinetics of isothermal phase transformations in premium and standard rail steels.** steel research international, 2021.

SÁNCHEZ F.; AL-HARTHY M. H. **Risk Analysis: Casing-while-Drilling (CwD) And Modeling Approach.** Journal of Petroleum Science and Engineering, 2011.

SANTOFIMIA, M. J.; ZHAO, L.; PETROV, R.; SIETSMA, J. **Characterization Of The Microstructure Obtained By The Quenching And Partitioning Process In a Low-Carbon Steel.** Materials Characterization, 2008.

SARKAR P. P.; KUMAR P.; KUMAR M.; CHAKRABORTI P. C. **Microstructural influence on the electrochemical corrosion behaviour of dual-phase steels in 3.5% NaCl Solution** – Materials Letters; Metallurgical Engineering Department, Jadavpur University, 2005.

SEBASTIÃO, C. R. **Caldeiraria – Traçados de Caldeiraria** parceria entre SENAI E CST, 2005.

SENA B. M.; GODEFROID L. B. **Avaliação da Influência de Diferentes Tratamentos Térmicos Sobre as Microestruturas e Propriedades Mecânicas de Tubos de Aço Sem Costura do Tipo API 5L**. Universidade Federal de Ouro Preto – Rede Temática em Engenharia de Materiais (REDEMAT), Ouro Preto, MG, Brasil, 2016.

SILVA R. C. **Caracterização de um Aço Microligado ao Boro e Tratado Termicamente Utilizado na Fabricação de Tubos**, Dissertação (Mestrado) Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista UNESP; Guaratinguetá – São Paulo, 2009.

SORRIJA B. A. **Análise da Resistência à Fadiga de Tubos de Aço API 5CT N80 tipo Q Soldados Via Processo de Indução Magnética de Alta Frequência (HFIW)**. Dissertação (Mestrado) Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista UNESP; Guaratinguetá – São Paulo, 2016.

SOUZA, SAMUEL DA SILVA DE **Estudo da Cinética de Transformação Martensítica em um Aço Microligado USISAR 80T**. Dissertação (Mestrado) Rede Temática em Engenharia de Materiais (REDEMAT), Universidade Federal de Ouro Preto UFOP, Ouro Preto – Minas Gerais, 2018.

SOUZA, SAMUEL DA SILVA DE; FARIA, GERALDO LÚCIO DE; MOREIRA, PAULO SÉRGIO. **Austenitizing Temperature and Cooling Rate Effects on the Martensitic Transformation in a Microalloyed-Steel**. Materials Research, 2020.

SOUZA WAGNER MONTEIRO DE; FILHO ANDRÉ ITMAN; VILARIM DA SILVA ROSANA; MARTINS JOÃO BATISTA RIBEIRO; LIMA LUCIANA XAVIER DA CRUZ. **The effects of auto-tempering martensite on mechanical strength of a microalloyed steel containing boron and titanium**. Technol. Metal. Mater. Min., 2020.

**SPE – SOCIETY OF PETROLEUM ENGINEERS** International standards for tubing. Disponível em: <[https://petrowiki.spe.org/International\\_standards\\_for\\_tubing](https://petrowiki.spe.org/International_standards_for_tubing)> Acesso em 21 jun. 2021.

STANSBURY, E. E. **Potentiostatic Etching**. IN: METALS Handbook 9. ed. Metals Park: ASM, Metallography and microstructures, 1985.

SUNIL, B. E, RAJANNA, S. **Evaluation of mechanical properties of ferrite-martensite DP steels produced through intermediate quenching technique**. Springer Nature Switzerland SN Appl. Sci., 2020.

TESSARI R. M.; TM WARREN T. M.; **Drilling With Casing Reduces Cost And Risk**. SPE Russian Oil and Gas Technical Conference, Society of Petroleum Engineers, 2006.

TOTTEN, G. E. **Steel Heat Treatment: Metallurgy and Technologies**. 2 th ed. New work, Taylor & Francis Group, 2006.

ULU S.; KAYALI Y.; GUNES I. **Surface Borided SAE 1020 Steel With Dual Phase Core Microstructure**. Materials Science and Technology, 2014.

WANG, W.; WEI, X. **The Effect Of Martensite Volume And Distribution On Shear Fracture Propagation Of 600-1000MPa Dual Phase Sheet Steels In the Process Of Deep Drawing**. International Journal of Mechanical Science, 2013.

WOLYNEC STEPHAN **Técnicas Eletroquímicas Em Corrosão** Editora EDUSP – Janeiro de 2013.

**WORLDSTEEL ORG**. Disponível em: <<https://www.worldautosteel.org/steel-basics/automotive-advanced-high-strength-steel-ahss-definitions/>> Acesso em 10 jun. 2021.

XU T.; JIN Z.; FENG Y.; SONG S.; WANG D. **Study On The Static And Dynamic Fracture Mechanism Of Different Casing-Drilling Steel Grades**. Materials Characterization, Volume 67, 2012.

YAN S.; LIU X.; LIU W. J.; LIANG T.; ZHANG B.; LIU L. ZHAO Y. **Comparative Study On Microstructure And Mechanical Properties Of a C-Mn-Si Steel Treated By Quenching And Partitioning (Q&P) Processes After a Full And Intercritical Austenitization**. Materials Science and Engineering: A, 2017.

ZHOU, X., LIU, Y., LIU, C. *et al.* **Austenitizing Temperature Effects on the Martensitic Transformation, Microstructural Characteristics, and Mechanical Performance of Modified Ferritic Heat-Resistant Steel**. Metall Mater Trans A., 2018.