

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Composição Química

Os três aços estudados foram classificados como Nb-Cr, Nb-Cr-Mo e Nb-Cr-Mo-V para facilitar o trabalho.

Foram retiradas amostras da região central das chapas provenientes da laminação a quente (chapa de dimensões de 2,5m de largura x 12m de comprimento) fabricadas pela empresa USIMINAS.

Estes aços representam um histórico do desenvolvimento dos aços API5LX80 no Brasil [28].

A Tabela 4 apresenta a composição química dos aços estudados neste trabalho.

Tabela 4. Composição química dos aços API5LX80 (% em peso).

AÇO	C	Mn	Si	P	S	Nb	V	Ti	Cr	Mo	N
Nb-Cr	0,04	1,86	0,19	0,018	0,006	0,075	0,006	0,017	0,33	0,03	50ppm
Nb-Cr-Mo	0,04	1,75	0,17	0,019	0,005	0,073	0,005	0,013	0,21	0,16	40ppm
Nb-Cr-Mo-V	0,05	1,77	0,22	0,015	0,003	0,068	0,020	0,018	0,13	0,26	55ppm

Obs:

- Aços NbCr e NbCrMo – 0,02%Ni e aço NbCrMoV- 0,01%Ni;
- Aços NbCr e NbCrMo – 0,032%Al e aço NbCrMoV- 0,034%Al;
- Aço NbCr – 0,002%Ca, aço NbCrMo – 0,001%Ca e aço NbCrMoV- 0,003%Ca;
- Aço NbCr – 0,02%Cu e aços NbCrMo e NbCrMoV – 0,01%Cu.

A Tabela 5 apresenta algumas especificações quanto a composição química dos aços X80 dada pela norma API5L e é verificado que os elementos dos aços estudados neste trabalho encontram-se dentro das faixas especificadas.

Tabela 5. Especificação de composição química para os aços X80 dado pela norma API5L (% em peso) [29].

ELEMENTO	ESPECIFICAÇÃO	OBS
Carbono (C)	máx 0,22%	Restrições quanto a tenacidade
Enxofre (S)	máx 0,015%	Cuidados com fragilização a frio
Fósforo (P)	máx 0,025%	Para que não haja segregação no material
Manganês (Mn)	máx 1,85%	
Nióbio (Nb), Titânio (Ti), Vanádio (V)	A soma não pode exceder 0,15%	

3.2. Processo Termo-mecânico Controlado (TMCP)

Para que os aços API sejam fabricados com graus mais elevados é necessário o processamento de laminação termo-mecânico controlado (TMCP – Thermal Mechanical Control Process), com o objetivo de refinar o grão ferrítico.

Em países da Europa, Ásia e América do Norte é aplicado o processo de resfriamento acelerado controlado após o TMCP. Já no Brasil, aplica-se o processo termomecânico controlado (TMCP) sem resfriamento acelerado. Para a obtenção de propriedades mecânicas similares aos aços fabricados com resfriamento acelerado, que atendem a norma API5L, é realizado um ajuste na composição química e uma otimização no processo termomecânico controlado.

A Figura 11 apresenta o cronograma do processo de laminação dos aços que foram estudados neste trabalho. Este processamento foi realizado pela empresa USIMINAS em todos os 3 aços estudados neste trabalho, com as mesmas condições de conformação.

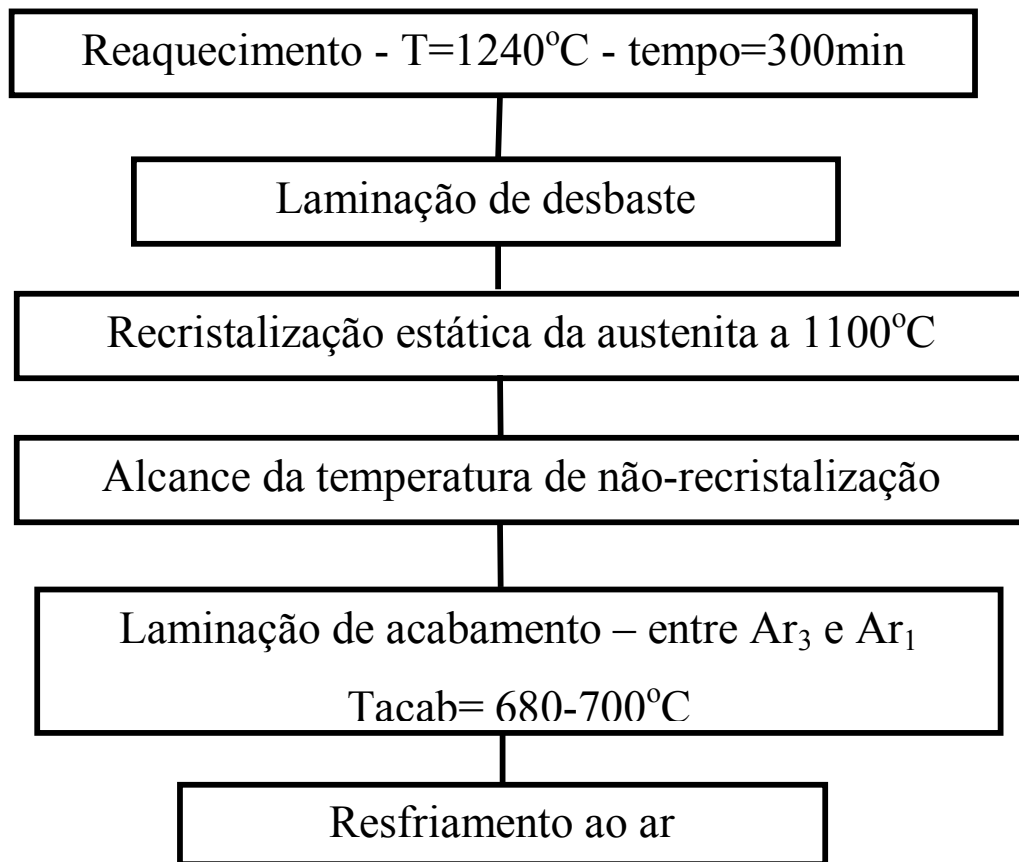


Figura 11. Fluxograma do processo de laminação controlada para as chapas dos aços API5LX80. Fonte: USIMINAS.

As chapas são reaquecidas em forno de pré-aquecimento na faixa de 1240-1250°C por 240 a 300 minutos. Durante reaquecimento da chapa ocorre austenitização do aço e os precipitados de nióbio (Nb), vanádio(V) e titânio (Ti) são dissolvidos.

A chapa passa por uma laminação de desbaste (trens de laminação de desbaste) que executa grande redução na espessura da mesma e posteriormente pela etapa de acabamento (trens de acabamento). Cada trem de laminação é um conjunto de cilindros montados consecutivamente para executar a redução da placa em uma chapa de espessura final desejada.

Durante a laminação de desbaste há uma breve parada para que ocorra a recristalização estática da fase austenita. A temperatura de não-recristalização é atingida e a laminação é reiniciada deformando-se ao máximo a austenita.

A laminação de acabamento é realizada dentro do campo bifásico $\alpha+\gamma$ (ferrita + austenita), sendo $Ar_3 \approx 770^\circ\text{C}$ para esses aços.

Após o acabamento a chapa passa por uma mesa de resfriamento que regulará a taxa de resfriamento do produto final. No caso de chapas grossas (material estudado neste trabalho) as chapas são resfriadas ao ar.

A transformação austenita-ferrita ocorre na mesa de resfriamento. Como a austenita está deformada e, portanto com uma relação área/volume grande, ela apresenta área suficiente para nuclear um número grande de sítios de ferrita e conseqüentemente reduz o tamanho de grão ferrítico. A austenita deformada apresenta também outros sítios de nucleação, como inclusões não-metálicas de TiN e NbC além de um número grande de discordâncias e contornos de sub-grão.

3.3. Propriedades Mecânicas

A Tabela 6 apresenta as propriedades mecânicas dos aços X80 Nb-Cr, Nb-Cr-Mo e Nb-Cr-Mo-V estudados neste trabalho e a Tabela 7 apresenta as especificações de propriedades mecânicas para os aços X80 dado pela norma API5L.

Tabela 6. Propriedades mecânicas dos aços API5LX80 estudados nesse trabalho.

<i>AÇO</i>	<i>LE chapa (MPa)</i>	<i>LE tubo (MPa)</i>	<i>LR chapa (MPa)</i>	<i>LR tubo (MPa)</i>	<i>Eabs -20oC (J)</i>
Nb-Cr	566	576	656	660	244
Nb-Cr-Mo	562	611	674	702	216
Nb-Cr-Mo-V	575	-	707	-	212

Onde: LE – limite de escoamento (MPa)
LR – limite de resistência (MPa)
 $E_{abs-20^{\circ}C}$ – energia absorvida em Joules no Ensaio Charpy a temperatura de $-20^{\circ}C$

Tabela 7. Especificação para chapas e tubos de aços API5LX80 pela norma API5L [29].

GRAU	LE chapa (MPa)	LE tubo (MPa)	LR chapa (MPa)	LR tubo (MPa)
X80	541-661	552-690	631-761	621-827

3.4. Amostragem

A partir das amostras recebidas foram retirados corpos de prova com as dimensões de 20x20x16mm para amostras de Nb-Cr e Nb-Cr-Mo, sendo que 16mm era a espessura final da chapa pós-laminada do aço Nb-Cr e Nb-Cr-Mo e 20x20x18mm para amostra de Nb-Cr-Mo-V, sendo que 18mm era a espessura final da chapa pós-laminada do aço Nb-Cr-Mo-V. Estas amostras foram utilizadas para investigação da microestrutura e para aplicação dos ciclos térmicos. A Figura 12 mostra os corpos de prova e suas dimensões em mm.

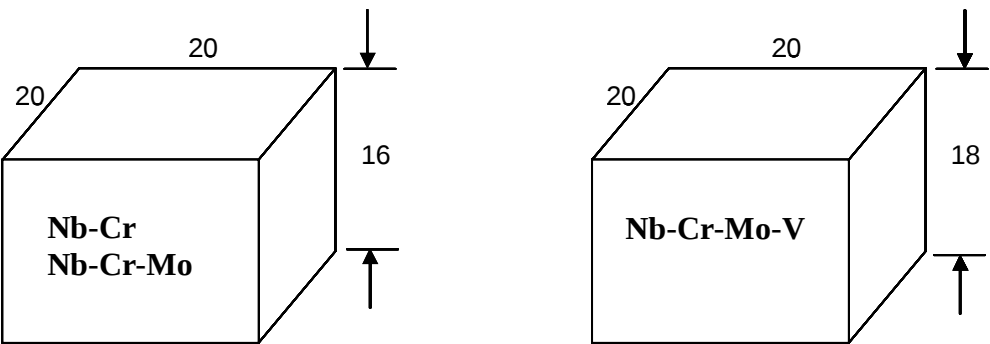


Figura 12. Dimensões (mm) dos corpos de prova para aplicação dos ciclos térmicos.

3.5. Ciclos Térmicos

Em 18 corpos de prova divididos entre os aços Nb-Cr, Nb-Cr-Mo e Nb-Cr-Mo-V foi aplicado o tratamento térmico de austenitização a 900°C por 1 hora e resfriamento nas três condições: ao ar calmo, ao óleo e a água (2 corpos de prova de cada tipo de aço para cada condição de resfriamento).

De modo a determinar as taxas de resfriamento, seis termopares do tipo K de 1,5mm foram introduzidos no centro de seis amostras (Figura 13) e um sistema de aquisição de dados analógico-digital fez a coleta de dados de temperatura x tempo. Cada duas amostras foram resfriadas em um meio diferente: ar calmo, óleo ou água e os dados foram processados por um software que produziu as curvas de resfriamento. A frequência de aquisição de dados para o resfriamento ao ar foi de 10Hz e para os resfriamentos ao óleo e a água foi de 50Hz.

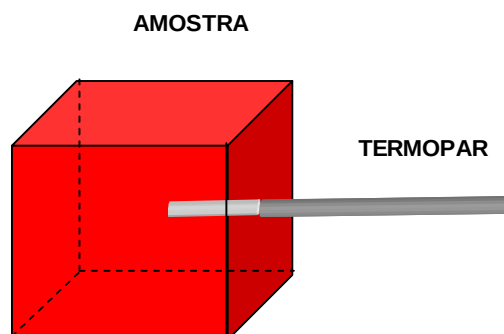


Figura 13. Corpo de prova para aplicação de ciclo térmico.

3.6. Metodologia de caracterização

Foram realizadas análises em Microscopia Óptica, Microscopia Eletrônica de Varredura e Microscopia Eletrônica de Transmissão para caracterização microestrutural, além de ensaios de microdureza, medição da fração volumétrica das fases e medição do tamanho de grão para os aços Nb-Cr, Nb-Cr-Mo e Nb-Cr-Mo-V na condição de pós-laminado e após a aplicação dos ciclos térmicos com resfriamento ao ar, ao óleo e a água.

3.6.1. Microscopia Óptica

Foi realizada a observação da microestrutura em microscópio óptico automatizado AXIOPLAN2 imaging da marca Zeiss. As imagens com aumentos de 500X e 1000X foram retiradas em câmera CCD Axiocam HRC. O ataque utilizado foi o Nital 2%.

3.6.2. Microscopia Eletrônica de Varredura

A microestrutura das amostras pós-laminadas na direção longitudinal e das amostras que sofreram ciclos térmicos foi observada pelo microscópio eletrônico de varredura DSM 960 da marca ZEISS com aumentos de 3000X e 5000X. As imagens foram captadas através de câmera CCD. O ataque utilizado foi o Nital 2%.

3.6.3. Microscopia Eletrônica de Transmissão

Observações da microestrutura e subestruturas dos aços foram realizadas em microscópio eletrônico de transmissão MET Philips CM120 com 120KV com filamento de hexaboreto de lantânio LaB₆ e em MET JEOL 2010 com 200KV, ambos utilizando porta-amostras com inclinação simples.

Na etapa de preparação de amostras, as mesmas foram cortadas em equipamento de corte preciso MINITON com espessuras de 3mm. Posteriormente sua espessura foi reduzida a 150-200μm através de lixamento e polimento mecânico. As amostras foram então cortadas com diâmetros de 3mm.

Em etapa subsequente, foi realizado o polimento eletrolítico em equipamento “twin-jet” TENUPOL para obtenção do furo. A solução utilizada foi 10% ácido perclórico e 90% ácido acético, a temperatura de 15-20°C, voltagem de 15-20V e corrente de 20-50mA.

Ambas as técnicas de utilização de dois feixes e de difração foram utilizadas neste trabalho para obtenção de maior contraste em elementos de interesse da imagem [30, 31].

3.6.4. Fração volumétrica das fases

A medição das frações volumétricas das amostras pós-laminadas e das amostras que sofreram os ciclos térmicos para cada tipo de aço e condição de resfriamento foi realizada através de imagens obtidas por microscopia óptica (MO). Uma grade de 100 pontos foi sobreposta a 10 imagens com 1000X de aumento (Figura 14) para cada tipo de aço estudado assim como, para cada ciclo térmico aplicado e a contagem das fases é feita na interseção dos pontos da grade [32].

A fração volumétrica das amostras pós-laminadas foi realizada em imagens obtidas na direção longitudinal de laminação [32].

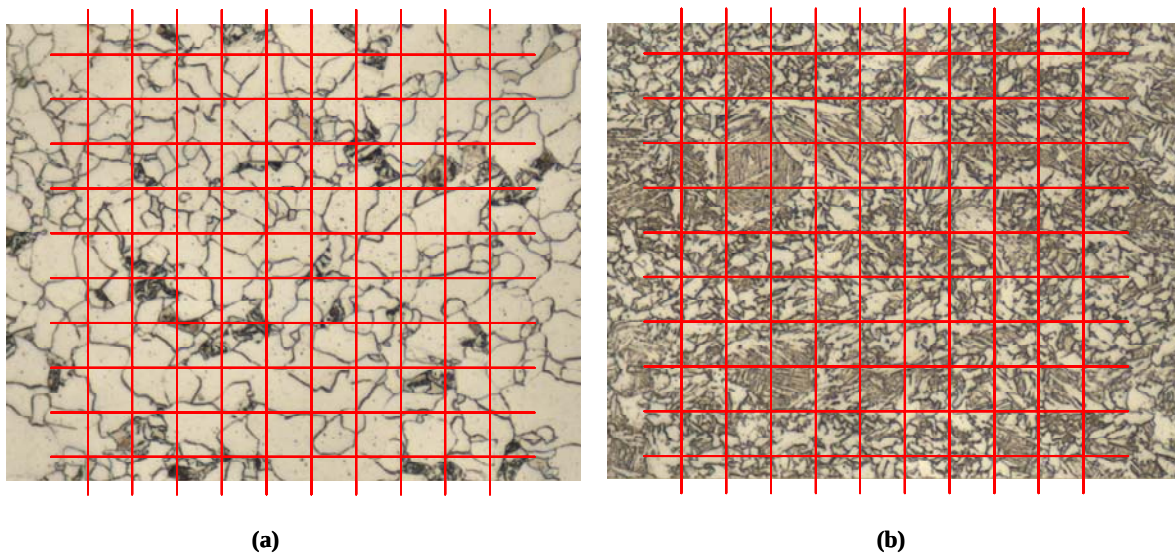


Figura 14. Exemplos de micrografias analisadas para fazer medição de fração volumétrica (a) aço Nb-Cr-Mo resfriado ao ar calmo (b) aço Nb-Cr-Mo resfriado a água.

As fases foram identificadas de acordo com sua morfologia, entretanto encontraram-se dificuldades para caracterizar algumas delas. Por exemplo, a bainita era confundida com perlita devido a similaridade das lamelas com os carbeto da bainita. O constituinte AM nem sempre era fácil para ser verificado pois muitas vezes estava associado a bainita. Além disso, a microestrutura dos aços estudados é extremamente refinada e foi difícil obter uma condição de ataque

químico adequada que conseguisse revelar bem todas as fases. Utilizou-se muito do MET para auxiliar nesta caracterização.

3.6.5. Dureza

Foram realizados medidas de dureza Rockwell B (HR_B) em amostras pós-laminadas na direção transversal e em amostras que sofreram ciclos térmicos. Os ensaios foram realizados no equipamento WOLPERT Modelo:TESTOR HT e a carga aplicada foi de 100Kg pelo tempo de 5 segundos. Dez medidas de dureza foram retiradas de cada amostra para cada condição conforme a Figura 15.

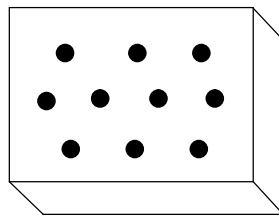


Figura 15. Localização das identações para medição da dureza Rockwell B das amostras de aço Nb-Cr, Nb-Cr-Mo e Nb-Cr-Mo-V nas condições de pós-laminado e após aplicação dos ciclos térmicos.

3.6.6. Microdureza

Foram realizados medidas de microdureza Vickers (HV_{100}) em amostras pós-laminadas na direção transversal e em amostras que sofreram ciclos térmicos. Os ensaios foram realizados no Microdurímetro Shimadzu HMV 2000 e a carga aplicada foi de 100g pelo tempo de 30 s. Dez medidas de microdureza foram retiradas de cada amostra conforme a Figura 16.

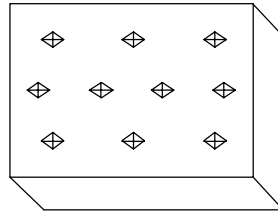


Figura 16. Localização das identações para medição da microdureza Vickers das amostras de aço Nb-Cr, Nb-Cr-Mo e Nb-Cr-Mo-V nas condições de pós-laminado e após aplicação dos ciclos térmicos.

3.6.7. Tamanho de grão

Foi utilizado o Método do Intercepto Circular para realizar a medição do tamanho de grão das amostras pós-laminadas na direção transversal e em amostras que sofreram os ciclos térmicos [33].

Um círculo de 10cm de diâmetro foi sobreposto em 10 imagens retiradas em microscopia eletrônica de varredura (MEV) e contam-se as interseções dos contornos de grão com círculo sobreposto a figura (Figura 17). Foi medido o tamanho de grão efetivo do material, ou seja não foram medidos apenas os grãos de ferrita como os grãos de bainita e AM foram considerados na medição. As medições foram feitas em MEV para visualizarmos melhor o contorno de grão que nem sempre era possível quando observado em MO.

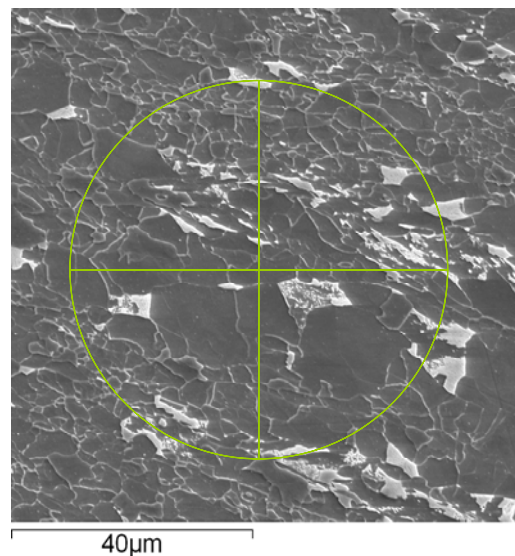


Figura 17. Exemplo de micrografia analisada para fazer medição do tamanho de grão através do Método do Intercepto Circular. Aço Nb-Cr-Mo-V pós-laminado.