

3

Material e Procedimento Experimental

Este capítulo traz detalhes sobre a composição química do aço utilizado, operação de curvamento a quente, ensaios mecânicos realizados e um modelo simplificado de transferência de calor. Este modelo busca o entendimento da distribuição das isotermas de calor em função da extensão da camada efetivamente aquecida pela resistência do material a passagem das correntes induzidas. Esta informação está diretamente associada à evolução do tamanho de grão austenítico ao longo da espessura de parede da região curvada.

3.1.

Material

O tubo estudado foi originado de uma chapa de aço API X80 produzida por laminação controlada, sem resfriamento acelerado. A resistência mecânica, em acordo com a norma API, foi obtida com o auxílio de um projeto de liga bem elaborado conciliando a aplicação de parâmetros de laminação como o acabamento em campo bifásico. A chapa, então, foi submetida ao processo de conformação a frio UOE para fabricação do tubo API X80.

3.1.1.

Composição química

A composição química do tubo (metal de base) e do metal da solda longitudinal (tubo com costura) é dada na tabela 04. O cálculo do carbono equivalente foi realizado de acordo com a API 5L [03], que prevê a utilização do Pcm para aços com percentual de carbono igual ou inferior a 0,12%, porém o valor de carbono equivalente IIW também foi exibido para permitir comparações bibliográficas.

Tabela 04 – Composição química do tubo

Elementos Químicos	Metal de base	Metal de Solda	API 5L X80 (Máximo) PSL 2 Tubo com costura
%C	0,05	0,055	0,22
%Mn	1,74	1,52	1,85
%Si	0,21	0,29	-
%P	0,018	0,021	0,025
%S	0,002	0,007	0,015
%Al	0,042	0,022	-
%Nb	0,069	0,038	-
%V	0,022	0,013	-
%Ti	0,014	0,016	0,06
%Cu	0,008	0,055	-
%Ni	0,011	0,019	-
%Cr	0,147	0,098	-
%Mo	0,177	0,25	-
%N	-	-	-
%Ca	-	-	-
%B	0,0001	-	-
Cr+Ni+Cu+Mo	0,34	0,42	-
Nb+V+Ti	0,105	0,07	0,15
IIW (%)	0,41	0,39	0,43
Pcm (%)	0,17	0,17	0,25

A composição química está de acordo com os percentuais estabelecidos pela norma API 5L para o grau X80 [03] e os valores de Pcm estão adequados para evitar susceptibilidade de trinca a frio (Pcm < 0,18%) [47].

3.1.2. Estimativas das temperaturas de transformação

Conforme dados da literatura e utilizando a composição química do aço deste estudo, serão apresentadas algumas temperaturas de transformação. Um trecho do diagrama de equilíbrio ferro-carbono [64] encontra-se na figura 10. As equações empíricas para o cálculo das temperaturas de transformação de fase, em função da composição química, têm seus resultados listados na tabela 05 [54].

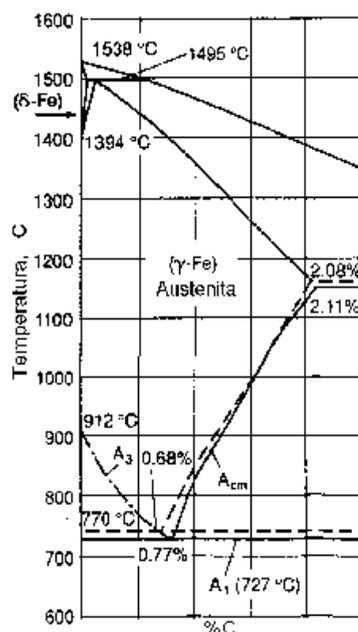


Figura 10 - Trecho do diagrama de equilíbrio Ferro-carbono [64].

$$A_{c3} = 910 - 203 \times \text{raiz } \%C - 15,2 \times \%Ni + 44,7 \times \%Si + 104 \times \%V + 31,5 \times \%Mo + 13,1 \times \%W - (30 \times \%Mn + 11 \times \%Cr + 20 \times \%Cu - 700 \times \%P - 400 \times \%Al - 120 \times \%As - 400 \times \%Ti) + 10 \text{ (equação 06) [54]}$$

$$A_{r3} = 910 - 310 \times \%C - 80 \times \%Mn - 20 \times \%Cu - 15 \times \%Cr - 55 \times \%Ni - 80 \times \%Mo + 0,35 \times (t - 8), \text{ onde } t = \text{espessura (mm) (equação 07) [54]}$$

$$A_{e3} = 910 - 25 \times \%Mn - 11 \times \%Cr - 20 \times \%Cu + 60 \times \%Si + 60 \times \%Mo + 40 \times \%W + 100 \times \%V + 700 \times \%P + 3 - (250 \times \%Al + 120 \times \%As + 400 \times \%Ti) \text{ (equação 08) [54]}$$

$$A_{c1} = 723 - 10,7 \times \%Mn - 16,9 \times \%Ni + 29,1 \times \%Si + 16,9 \times \%Cr + 290 \times \%As + 6,38 \times \%W \text{ (equação 09) [54]}$$

Tabela 05 – Temperaturas empíricas de transformação de fase

Temperaturas (°C)	
Ac ₃ (A ₃ no aquecimento)	873
Ar ₃ (A ₃ no resfriamento)	742
Ae ₃ (A ₃ no equilíbrio)	890
Ac ₁ (A ₁ no aquecimento)	713

Considerando taxas lentas de resfriamento e através da aplicação da regra da alavanca no diagrama de equilíbrio ferro-carbono, imediatamente abaixo da temperatura eutetóide, é possível obter as faixas de fração volumétrica de ferrita proeutetóide entre 96 a 80% e perlita entre 4 a 20%, associadas aos percentuais de carbono de 0,05%C e 0,17%C, que correspondem respectivamente ao percentual de carbono e valor de carbono equivalente Pcm do aço API X80 deste estudo.

3.1.3. Caracterização microestrutural do trecho reto

A caracterização do trecho reto foi realizada, nos sentidos transversal e longitudinal a direção de laminação, com o auxílio das microscopias óptica e eletrônica de varredura. Para obter o tamanho de grão optou-se pelo método do intercepto linear descrito na norma ASTM E 112 – 96 [65]. Para caracterizar a proporção das fases aplicou-se grades de pontos sobrepostas a 25 campos do trecho reto, seguindo a metodologia citada na norma ASTM E 562 – 95 [66].

3.1.4. Propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas apresentadas na tabela 06 representam a média de todas as chapas avaliadas da mesma corrida que originou a chapa que gerou o tubo deste estudo. A curva de transição dúctil-frágil do tubo encontra-se no gráfico da figura 11.

Apesar de não haver sido realizado ensaios mecânicos na chapa que produziu o tubo, pode se considerar que esta possui propriedades mecânicas similares aquelas da mesma corrida. Os dados exibidos na tabela 06 foram fornecidos pelo fabricante de tubos.

Tabela 06 – Propriedades médias de tração das chapas e do tubo API 5L X80.

Trecho Reto API 5L X80		LE (MPa)	LR (MPa)	LE/LR	AI (%)
Chapa		563 ± 09	660 ± 12	0,85	40
Tubo	Prensa O (Transversal)	565	690	0,82	43
	Expansão E (Transversal)	592	695	0,85	41
	Expansão E (longitudinal)	567	660	0,86	41
	Solda Longitudinal	- **	686	-	-
Norma API (mín.)		552	621	-	21*
Norma API (máx.)		690	827	0,93	-

* Alongamento mínimo em 50,8 mm [03].

** A junta soldada (solda longitudinal) é avaliada apenas pelo seu limite de resistência.

No que se refere a tenacidade avaliada em ensaio de impacto Charpy a 0°C observa-se que os valores mínimos API 5L [03] normalizados para corpos de prova longitudinais e transversais ao sentido de laminação são de 101 J e 68 J, respectivamente. A média de energia charpy a 0°C apresentada pelas chapas foi de 218 ± 28 J e após a obtenção do tubo, pelo processo UOE, a média observada foi de 208 ± 07 J, de acordo com dados fornecidos pelo fabricante dos tubos.

Os dados exibidos na tabela 06 evidenciam as influências do processo UOE nas propriedades mecânicas do tubo utilizado no curvamento a quente deste estudo.

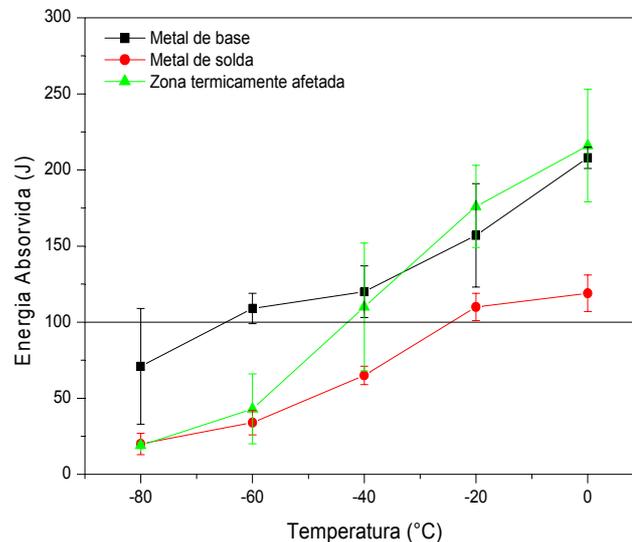


Figura 11 – Curva de transição dúctil-frágil para o tubo obtida para três regiões distintas da junta soldada longitudinal no trecho reto (metal solda, zona termicamente afetada e metal de base).

3.2. Procedimento experimental

3.2.1. Processo e variáveis do curvamento a quente por indução

Com o objetivo de produzir uma curva com propriedades mecânicas compatíveis com aquela do tubo reto original, obedecendo os limites estipulados pela norma API 5L [03], alguns parâmetros de curvamento a quente foram alterados, mantendo ao final da rota de produção o tratamento térmico otimizado a 600°C para proporcionar endurecimento por precipitação. As operações de curvamento a quente foram realizadas na Protubo Primus Processamento de Tubos S. A., onde a máquina para tubos de até 38" de diâmetro nominal foi utilizada no curvamento a quente com frequência de 500 Hz. O curvamento com frequência de 2500 Hz foi realizado em máquina própria para tubos de 20" de diâmetro nominal.

Os parâmetros operacionais que afetarão no aquecimento são densidade de potência aplicada, temperatura de austenitização e velocidade de passagem do tubo pela bobina de indução. Ressalta-se que no curvamento a quente os

tubos não são submetidos a nenhuma etapa preliminar de pré-aquecimento e o processo se torna dinâmico pela movimentação do tubo, que é impulsionado com velocidade constante e previamente determinada, em relação a posição fixa da bobina de indução.

Os parâmetros operacionais de resfriamento são o tipo, a vazão e a temperatura do meio de resfriamento. No curvamento a quente, após a passagem de um trecho de tubo pela bobina de indução este é submetido a resfriamento superficial externo em água a temperatura ambiente.

O tubo submetido a operações de curvamento a quente com frequências de 2500 Hz e 500 Hz apresentava 19 mm (0,75") de espessura de parede e 508 mm (20") de diâmetro nominal. Um fluxograma simplificado (figura 12) exhibe o esquema das atividades desenvolvidas.

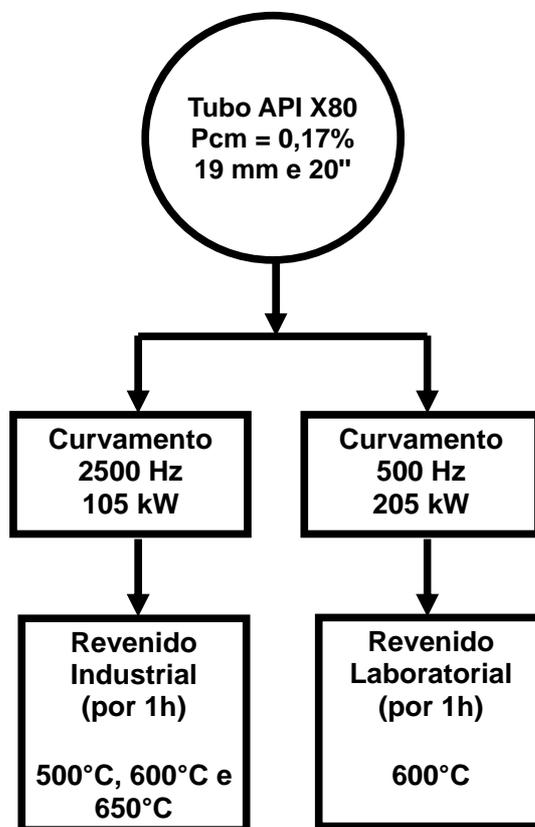


Figura 12 – Esquema das atividades desenvolvidas para o tubo API X80 de Pcm = 0,17%.

As operações de curvamento a quente em diferentes trechos do mesmo tubo API X80 de Pcm = 0,17% foram realizadas segundo os parâmetros expostos na tabela 07.

Tabela 07 – Identificação e parâmetros aplicados nas operações de curvamento a quente do tubo API X80 de $P_{cm} = 0,17\%$.

Frequência de curvamento	2500 Hz*	500 Hz
Comprimento curvado (L)	≈ 3000 mm	≈1000 mm
Raio de curvamento (r) r = 5D (diâmetro)	2540 mm	2540 mm
Relação D/t	27	27
Ângulo de curvamento (α)	70°	25°
Velocidade	0,6 mm/s	0,6 mm/s
Temperatura	1050 °C	1030 ± 25 °C
Meio de resfriamento	Água	Água
Pressão do meio de resfriamento	0,3 kgf/cm ²	0,2 kgf/cm ²
Potência de indução	105 kW	200 - 210 kW

* Frequência aplicada tradicionalmente para tubos de 19 mm de espessura.

O raio de curvamento igual a cinco vezes o diâmetro nominal do tubo representa o valor mais crítico aplicado em dutos [44]. O ângulo de curvamento representa o ângulo central da circunferência de raio igual 2540 mm.

Parâmetros de equipamento como formato, número de espiras e dimensões da bobina, afastamento entre a bobina e a peça e a frequência da máquina são fixos durante a operação de curvamento a quente, porém a frequência de corrente alternada pode ser aplicada em duas escalas (500 Hz e 2000 Hz) em função da espessura inicial do tubo a ser curvado. Geralmente tubos com espessura de parede mais espessas são curvados com frequências menores de corrente alternada, o que mantém aproximadamente fixa a relação entre espessura efetivamente afetada pelas correntes induzidas e espessura final do tubo na seção curvada. Tradicionalmente tubos com espessura de parede igual a 19 mm são curvados com frequência de 2500 Hz em máquina de curvamento que trabalha especificamente com esta frequência. Assim para avaliar o efeito da redução da frequência, em tubos desta espessura, procedeu-se o curvamento a 500 Hz na máquina para tubos de 38" da Protubo, que oferece opções de frequência de 2000 Hz e 500 Hz.

Inicialmente os 12 m de tubo foram submetidos ao curvamento de 2500 Hz, produzindo uma curva de 3000 mm, ficando um comprimento de trecho reto sem sofrer os efeitos do ciclo térmico deste curvamento. No curvamento de 500 Hz o tubo era composto pelo trecho reto não afetado termicamente do curvamento anterior. Este tubo por apresentar comprimento insuficiente (2036 mm) para posicionamento na máquina recebeu uma solda circunferencial em cada uma de suas extremidades livres conectando-as a outros dois tubos que

serviram de apoio para o impulsor (2990 mm) e braçadeira (1500 mm) da máquina de curvamento, deixando o tubo de interesse na posição efetiva da aplicação dos esforços termomecânicos de curvamento. Após as soldas circunferenciais o comprimento total ficou em 6526 mm, o qual é representado no esquema da figura 13.

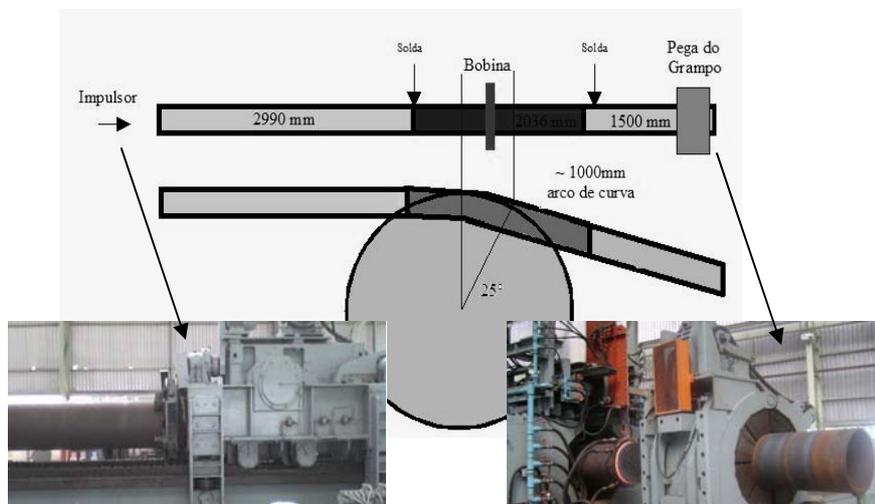


Figura 13 – Esquema aplicado para gerar o tubo com dimensões que possibilitassem a realização do curvamento.

Um esquema para a operação de curvamento a quente pode ser visualizado na figura 14.

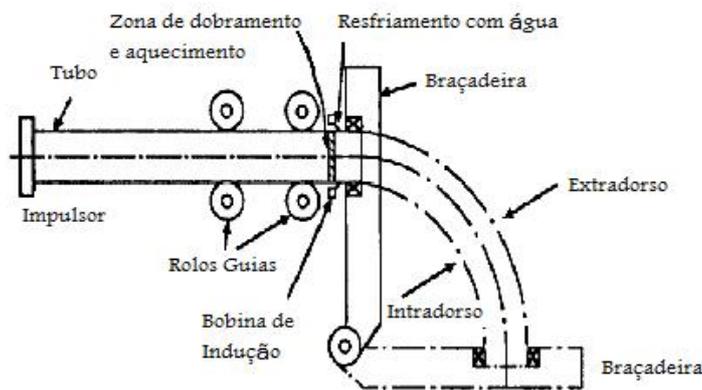


Figura 14 – Esquema da operação de curvamento a quente [07]. Fonte original: KONDO, J. et al. The State of The Art of High Strength Induction Bent Pipe. NKK Corporation. Eighth Symposium on Line Pipe Research. PRCI. September, 1993.

Pelo esquema da figura 14 verifica-se que o impulsor move o tubo em direção a bobina de indução. A velocidade de impulsão aplicada foi de 0,6 mm/s. A parte do tubo que receberá a curvatura é posicionada parcialmente sob a bobina de indução e a extremidade oposta ao impulsor fica sob a ação da braçadeira (pega do grampo) que durante o curvamento auxiliará na obtenção do raio de curvatura especificado. O material sob a bobina de indução sofre austenitização completa da espessura (figura 15a), o que facilita a deformação. Após passagem pela bobina de indução a superfície externa do tubo é submetida a resfriamento acelerado com jato de água (figura 15b). A superfície interna resfria ao ar calmo. As figuras 15c e 15d exibem a remoção do tubo já curvado da máquina de indução e o produto curvado com 25° de ângulo de curvamento.

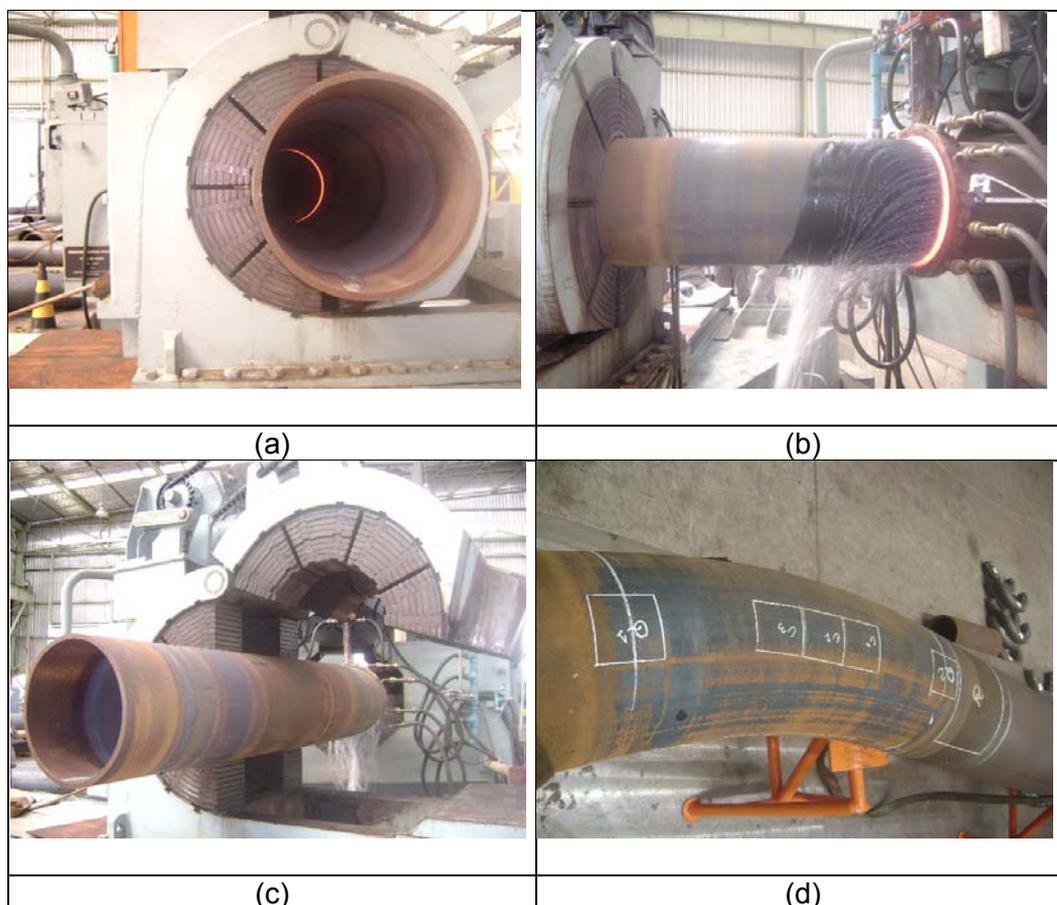


Figura 15 – Operação de curvamento a quente. Teste para a frequência de 500 Hz. (a) Austenitização completa da espessura, (b) Após passagem pela bobina de indução o resfriamento da espessura externa do tubo é realizado com jatos de água, (c) Remoção do tubo da máquina de indução e (d) Tubo curvado.

3.2.2. Estimativa das taxas de aquecimento e resfriamento

A figura 16 mostra o gráfico de controle operacional levantado para os ciclos térmicos de aquecimento e resfriamento e manutenção da temperatura de austenitização da superfície externa do tubo durante o curvamento a quente com parâmetro de frequência de 500 Hz. Um pequeno patamar entre 750 e 720°C, observado na curva de resfriamento, pode representar a espera para transformação de fase, pois a temperatura Ar_3 foi estimada empiricamente em 743°C.

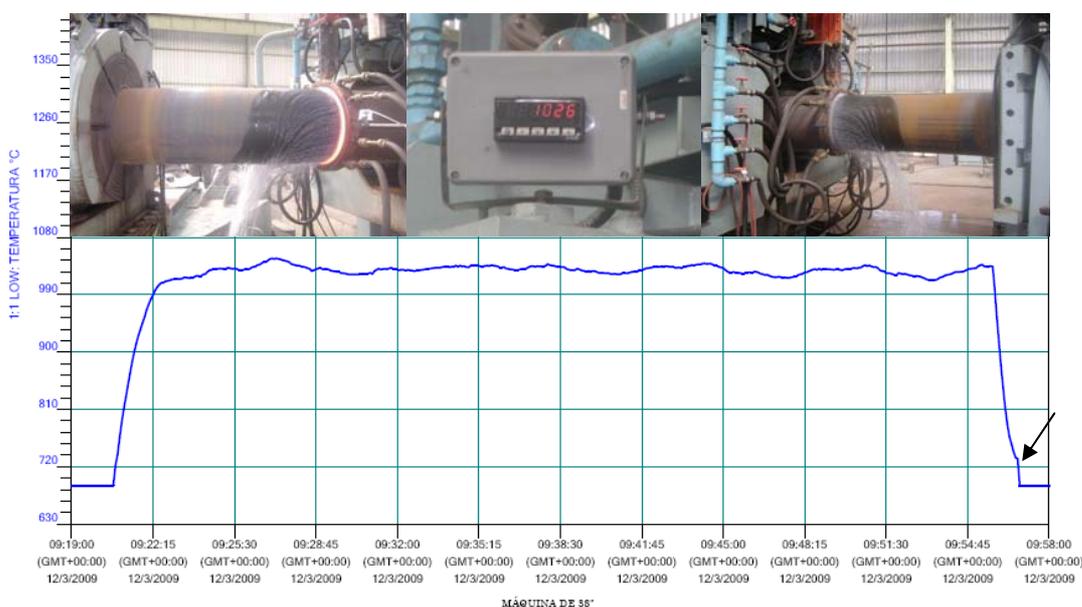


Figura 16 – Ciclo térmico de aquecimento e resfriamento da superfície externa do tubo, curvamento a quente com parâmetro de frequência de 500 Hz.

Através do gráfico de controle operacional (figura 16) foi possível estimar as taxas de aquecimento e resfriamento aplicadas durante o processo de curvamento a quente com frequência reduzida de 500 Hz. Os cálculos das taxas a partir da figura 17 exibem uma aproximação linear para os dados.

3.2.3. Estimativa da potência dissipada e camada afetada

A partir dos valores de potência aplicada durante o curvamento a quente foi realizado o cálculo do calor dissipado na espessura penetrada pelas correntes induzidas (P_{do}) de acordo com a equação 03, $P_{do} = 0,135 P_o$, onde P_o é a potência de operação da máquina.

Para o curvamento com frequência de 2500 Hz o calor dissipado pela espessura é $P_{do} = 0,135 \times 105 = 14,18$ kW (14180 J/s). Já no caso curvamento com frequência de 500 Hz o calor dissipado pela espessura é $P_{do} = 0,135 \times 205 = 27,68$ kW (27680 J/s). Pode ser observado que para 500 Hz ocorreu uma geração de aproximadamente o dobro do calor desenvolvido durante o curvamento com frequência de 2500 Hz para ser dissipado.

A espessura afetada pelas correntes induzidas foi estimada através da equação 05, desenvolvida para um aço 45 austenitizado a 850°C em tratamento térmico de têmpera superficial, de acordo com relatos de Novikov [40]. Assim devido as diferentes condições de temperabilidade do aço API X80 e parâmetros de processamento durante operação de curvamento a quente, que envolve deformação, é de se esperar que esta estimativa apenas indique os efeitos da frequência de indução na extensão da camada afetada pelas correntes induzidas, porém em condições de potência fixa, o que na prática não ocorre para os dois curvamentos testados. Os resultados de camada afetada em função da equação empírica 05 encontram-se na tabela 08 e gráfico da figura 18.

Tabela 08 – Efeitos da frequência de indução na espessura afetada pelas correntes induzidas, nas condições de material e operação propostas por Novikov [40].

$\delta = 500 / \sqrt{f}$ (mm) [equação 05]	2500 Hz	500 Hz
	$\delta = 10$ mm	$\delta = 22$ mm*

* Como o tubo tem espessura de 19,4 mm, toda a parede seria afetada neste caso.

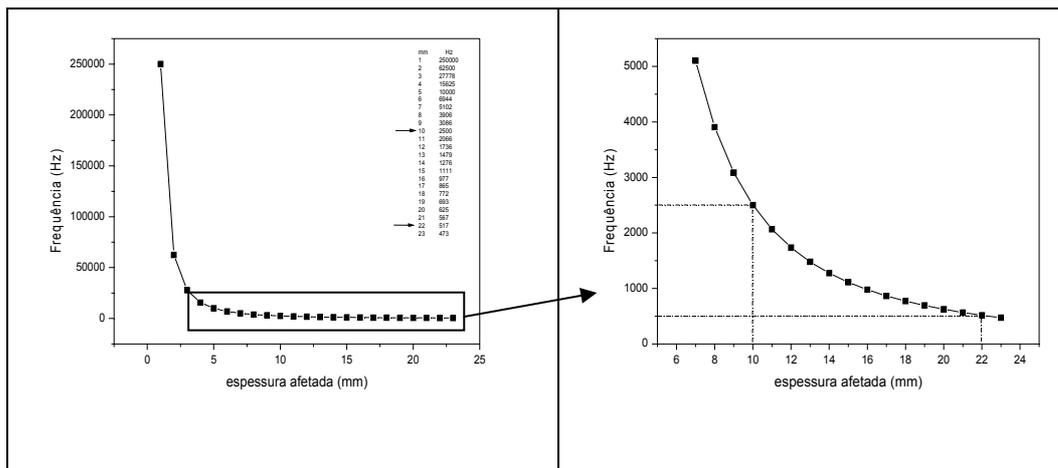


Figura 18 – Espessuras afetadas pelas correntes induzidas em acordo com o modelo embasado em tratamentos térmicos de aquecimento por indução nas condições testadas (material, temperatura de austenitização, etc...) por Novikov [40].

De acordo com o Metals Handbook volume 04 [39] é possível estimar, por meio de cartas, a profundidade afetada por correntes induzidas aplicadas a aços em diferentes estados, conforme a figura 19.

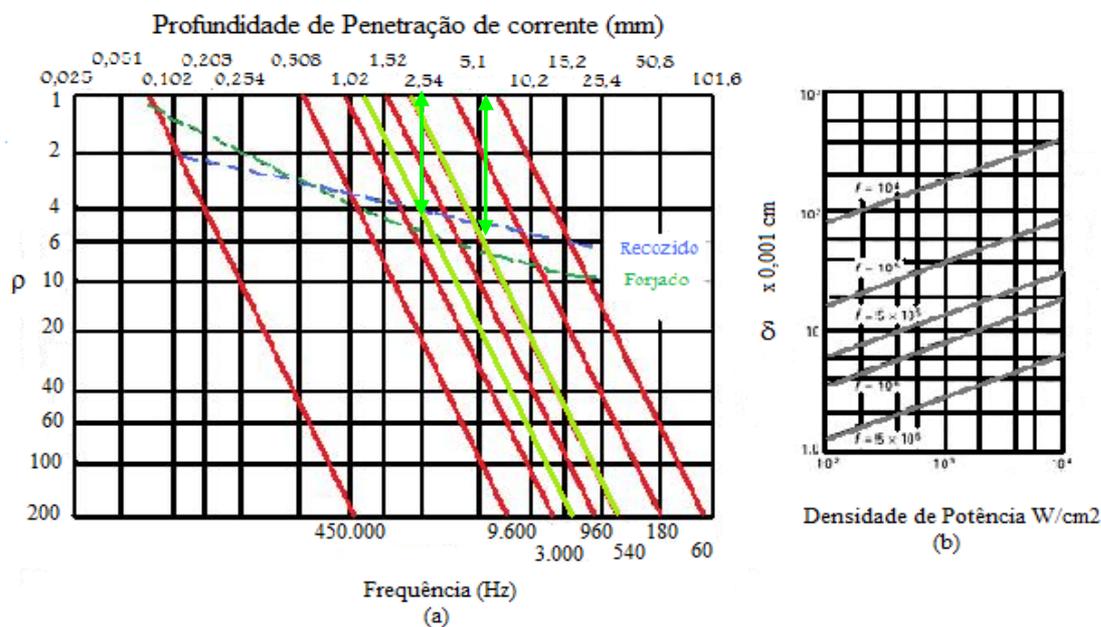


Figura 19 – (a) As cartas de profundidade de penetração de corrente em função da resistividade elétrica para várias freqüências em aquecimento por indução dos aços processados em diferentes operações. (b) Espessura de camada afetada (película) em função da densidade de potência para diferentes freqüências [39].

Observa-se pelas cartas da figura 19 que mantendo a resistividade constante e reduzindo a frequência obtemos camadas de penetração de correntes induzidas mais profundas. Para o estado recozido observa-se que para uma frequência de aproximadamente 2000 Hz a obtenção de camada afetada situa-se em torno de 2,54 mm e para uma frequência de 540 Hz a camada é mais espessa, na ordem de 5,1 mm.

Com relação aos efeitos da densidade de potência, observa-se que quando a densidade aumenta os aços podem se tornar magneticamente saturados, conduzindo a uma redução da permeabilidade e aumentando a profundidade afetada [39].

Devido ao grande número de variáveis envolvidas no curvamento é difícil a obtenção de um valor empírico, através das equações aqui apresentadas, que estime a profundidade de camada efetivamente afetada pela indução de correntes induzidas no curvamento a quente. Em função desta dificuldade, optou-se por estimar a profundidade de camada endurecida em temperatura superficial através da intercepção do valor de microdureza média do trecho reto original com as curvas presentes nos perfis de microdureza obtidas dos trechos que compõem a curva em função de sua espessura. Não necessariamente estas camadas representarão os valores das camadas atingidas pelas correntes induzidas.

3.2.4.

Modelo simplificado para estimar as isothermas de temperaturas, na espessura do tubo, atuantes durante o curvamento a quente.

No curvamento a quente a partir da superfície externa de parede do tubo, mais próxima a bobina de indução, ocorrerá a formação de um perfil de distribuição de temperaturas ao longo da espessura de parede na região da curva com gradiente térmico apontado para superfície externa (de maior temperatura) e fluxo de calor no sentido oposto. O registro térmico para superfície de parede externa do tubo, abaixo e mais próxima da bobina de indução, estava na faixa de temperaturas entre 1030°C e 1050°C e constituirá a temperatura denominada por T_{s2} . À medida do maior afastamento da bobina de indução, na direção da espessura interna de parede do tubo abaixo da bobina de indução, é provável que as isothermas tenham atingido temperaturas menores. A temperatura da superfície interna de espessura de parede do tubo abaixo da bobina de indução, em um determinado instante, será denominada por T_{s1} . Acredita-se que este tipo de fenômeno ocorra durante o curvamento a quente ao

longo da espessura do tubo, de acordo com o esquema exibido na figura 20.

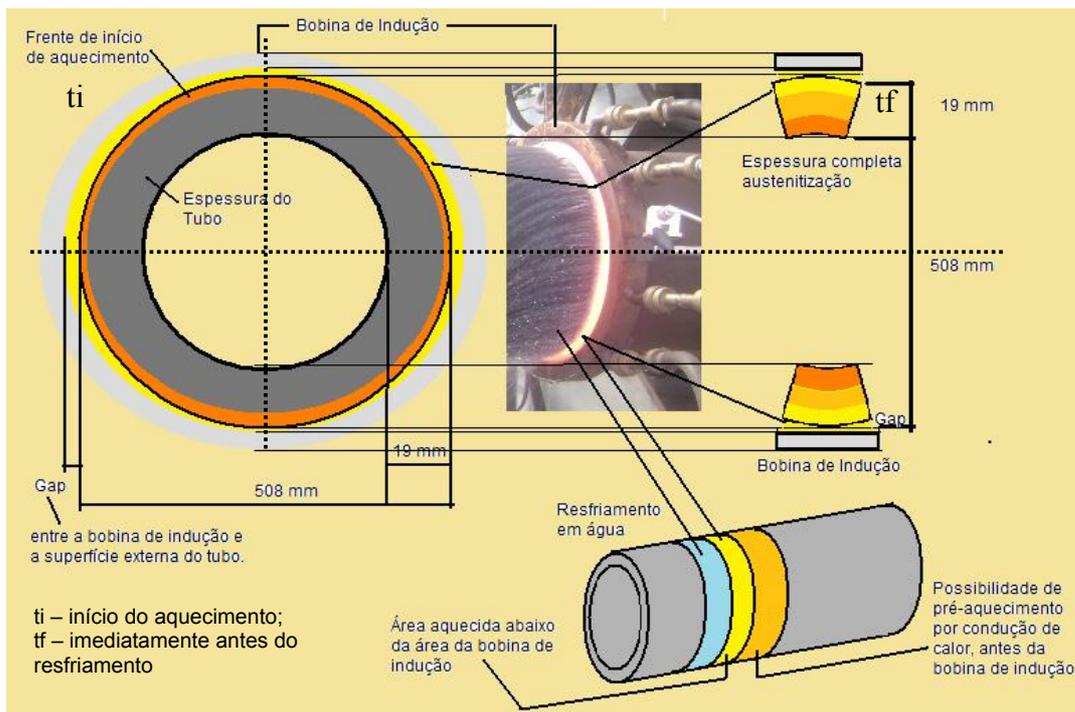


Figura 20 – Esquema proposto para o aquecimento. Supõem a presença de diferentes isothermas à medida que a espessura do tubo se afasta da superfície próxima a bobina de indução, onde as temperaturas são maiores, na ordem de 1030°C a 1050°C.

Os parâmetros dimensionais serão parcialmente alterados devido aos fenômenos térmicos de condução de calor através da espessura do tubo e expansão térmica de suas dimensões. Um aço 1025 apresenta coeficiente de expansão térmica de $12 \cdot 10^{-6} \text{ (}^\circ\text{C)}^{-1}$ e condutividade térmica de 51 W/(m.K) , em comparação ao ferro puro que apresenta $11,8 \cdot 10^{-6} \text{ (}^\circ\text{C)}^{-1}$ e 80 W/(m.K) , respectivamente [64]. Quanto menor for o valor de condutividade térmica (K) do material mais isolante térmico será o material, pois a resistência térmica (R) é diretamente proporcional a espessura de parede e inversamente proporcional a K., de acordo com a equação 10.

$$R = (\text{espessura de parede}) / K \text{ [equação 10]}$$

A condutividade térmica (K) e o gradiente de temperatura (dT/dr) definem o fluxo de calor (q) através da equação de Fourier em coordenadas cilíndricas (equação 11). O fluxo de calor tem sentido oposto ao do gradiente térmico que é um vetor que aponta para a direção de maior temperatura. Assim o fluxo de calor se direcionará para as posições de menor temperatura [65].

$$q'' = -k \left(i \frac{\partial T}{\partial r} + j \left(\frac{1}{r} \right) \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial \Phi} \right) + k \left(\frac{\partial T}{\partial z} \right) \right) \text{ [equação 11]}$$

No caso do curvamento a quente este fluxo de calor, 3D e em coordenadas cilíndricas, juntamente com um termo de geração de calor (a fonte térmica q''' é a energia liberada no meio por unidade de volume e tempo) formarão a equação de difusão do calor em regime transiente (varia com o tempo), de acordo com a equação 12 [65]. No curvamento a fonte térmica interna (q''') geradora de calor na espessura do tubo estaria associada ao efeito Joule.

$$\left((\rho \cdot C_p) / k \right) \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \left(\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \left(\frac{1}{r^2} \right) \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial \Phi^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right) + q''' / k \text{ [equação 12]}$$

A difusividade térmica ($k / (\rho \cdot C_p)$) mede a capacidade do material conduzir energia térmica em relação a sua capacidade de armazená-la.

Simplificando o sistema para estimar a distribuição de temperaturas ao longo da espessura de parede do tubo abaixo da bobina de indução foi considerado:

- Regime estacionário, onde a temperatura não muda com o tempo;
- Coordenadas cilíndricas.
- Unidimensional (no sentido radial);
- Material isotrópico;
- Desconsiderando a geração interna de calor definida pela potência dissipada;
- Desconsiderando a resistência do meio a convecção do calor atuante na folga entre a bobina de indução e a superfície externa do tubo.
- Aplicando a temperatura da superfície externa registrada pelo termopar.
- Arbitrando valores de temperatura a superfície interna do tubo

O fluxo de calor por unidade de área abaixo da bobina de indução ($A = 2\pi rL$)* seria aproximadamente de $q''/A = -k \cdot dT/dr$ [equação 13] , onde o eixo radial coincidirá com a espessura do tubo, de acordo com a figura 21.

*L = largura do tubo abaixo da bobina de indução e $2\pi r$ = perímetro do tubo onde r assume o valor do raio externo do tubo.

A solução para a equação 13 é exibida por Incropera et al [65] e a distribuição de temperaturas ao longo da espessura de parede está de acordo com a equação 14.

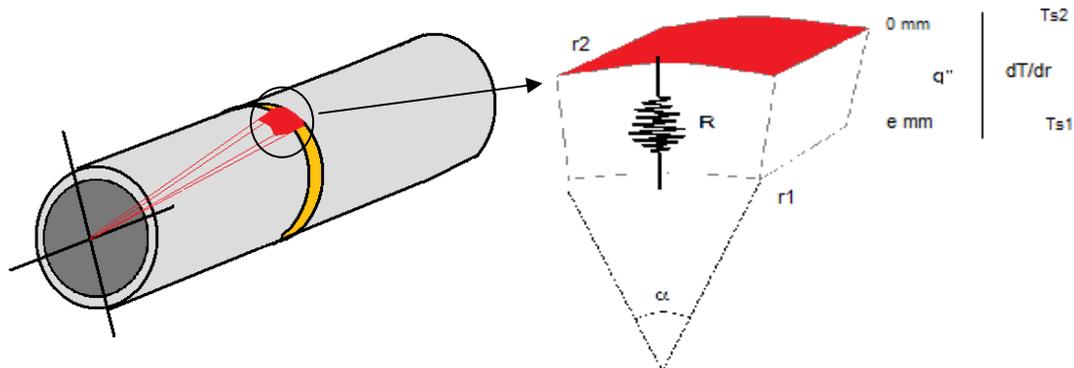
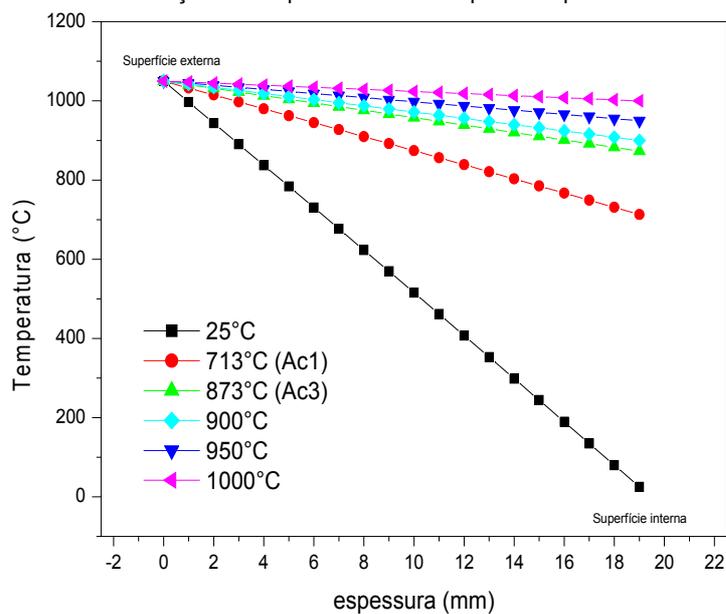


Figura 21 – Elemento de tubo analisado.

$$T(r) = \left\{ \left[\frac{(T_{s1} - T_{s2})}{\ln(r_1/r_2)} \right] \times \ln(r/r_2) \right\} + T_{s2} \text{ [equação 14]}$$

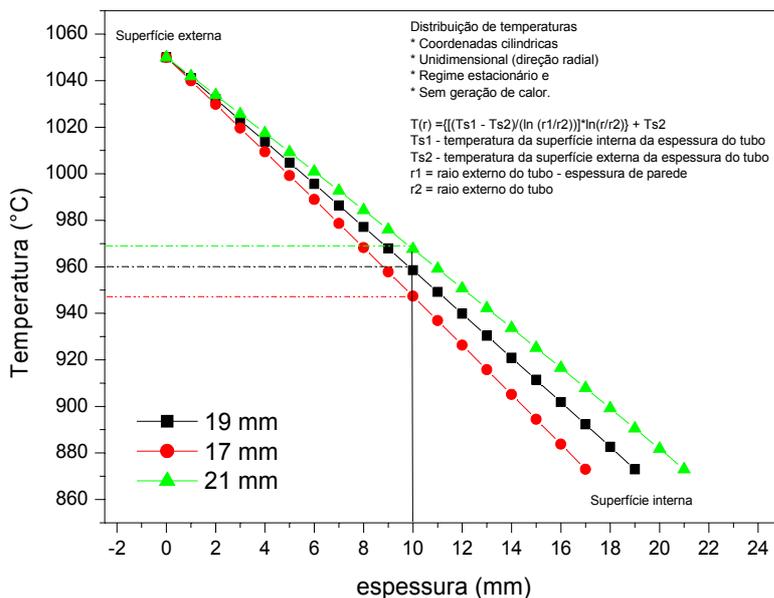
O conhecimento prévio de T_{s1} e T_{s2} faz parte das condições limites aplicadas a solução da equação 13. Os resultados obtidos deste modelo simplificado exibem as distribuições de temperaturas ao longo da espessura do tubo abaixo da bobina de indução obtidas para diferentes temperaturas de superfície interna arbitradas. Quando a temperatura da superfície interna atinge A_{c3} a austenitização completa da espessura do tubo é obtida, de acordo com o gráfico da figura 22a. O gráfico da figura 22b revela os possíveis efeitos da alteração da espessura do tubo na distribuição de temperaturas ao longo da espessura, quando a temperatura da superfície interna do tubo for igual a A_{c3} .

Distribuição de temperaturas em tubo de aço de espessura 19 mm em função da temperatura atribuída para a superfície interna.



(a)

Distribuição de temperaturas quando a espessura interna atinge A_{C3} em função da mudança de espessura do tubo



(b)

Figura 22 – Distribuição de temperaturas ao longo da espessura em modelo sem geração de calor. (a) Diferentes isotermais de temperatura atribuídas para a superfície interna do tubo podem servir para representar a evolução da temperatura durante o curvamento a quente. (b) A superfície interna do tubo é a última seção a austenitizar. Alterações na espessura provocam redistribuição de temperaturas ao longo da espessura do tubo (alteração do gradiente térmico), visando manter a temperatura da superfície interna constante.

Para comparação das distribuições de temperaturas entre os curvamentos com parâmetros diferentes é necessário utilizar o sistema com geração de calor, pois a potência dissipada ao longo de uma maior ou menor camada afetada será o que determinará as principais diferenças a serem analisadas. O não conhecimento exato da extensão da camada afetada inclui mais uma variável que poderá ser arbitrada. O modelo com geração de calor seria utilizado para determinar a distribuição de temperaturas atuante na camada afetada. O modelo com geração de calor proposto por Incropera [65] considerando a geração uniforme em toda espessura analisada, o que seria aplicado apenas na camada afetada, desconsiderando a queda exponencial de densidade de potência existente. O restante da espessura poderá ser modelado desconsiderando a geração de calor, de acordo com os gráficos exibidos na figura 23. A equação 15 exhibe a solução unidimensional em estado estacionário da equação de calor (equação 12) para parede cilíndrica com geração uniforme e condições de superfície assimétricas. Na tentativa de comparar os dois curvamentos a proposta para a distribuição de temperaturas com geração de calor na direção radial fica em função de r e q''' .

$$T(r) = Ts_2 + [q''' \cdot (r_2^2/4k) \cdot (1 - (r^2)/(r_2^2))] - [(q''' \cdot (r_2^2/4k) \cdot (1 - (r_1^2)/(r_2^2)) + (Ts_2 - Ts_1)] \cdot (\ln(r_2/r)/\ln(r_2/r_1)) \text{ [equação 15]}$$

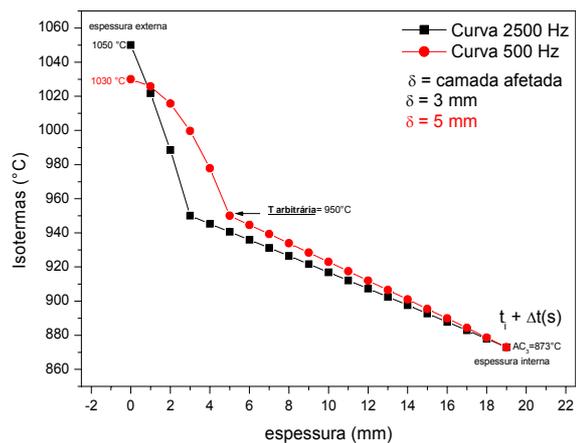
Onde: r = posições radiais ao longo da espessura;

q''' = geração de calor na espessura representada pela energia dissipada na camada afetada pelas correntes induzidas. Para critério de comparação aplicou-se para os curvamentos com frequência de 2500 Hz e 500 Hz as camadas afetadas obtidas na carta gráfica da figura 19.

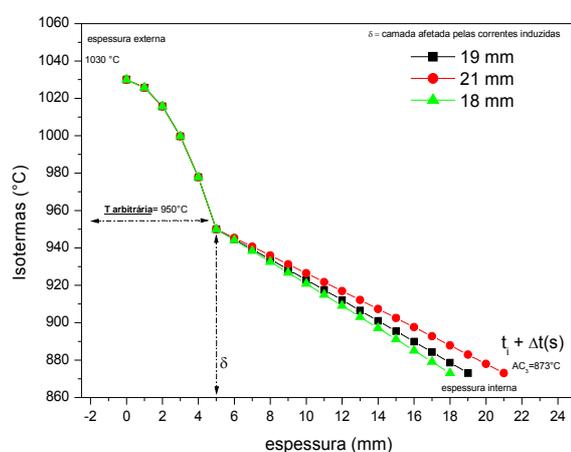
k = condutividade térmica do aço;

Ts_2 = temperatura de curvamento (superfície externa) – 1050 a 1030°C;

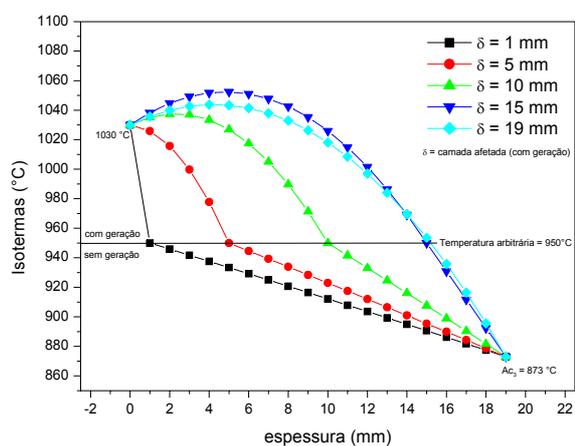
Ts_1 = temperatura da superfície interna do tubo – Assumiu o valor arbitrário no instante em que $t_i + \Delta t$ (s) igual ao valor de Ac_3 (873°C), onde a austenitização da espessura é completa.



(a)



(b)



(c)

Figura 23 – (a) Isotermas em diferentes curvamentos; (b) isotermas em função da variação de espessura do tubo na região da curva (500 Hz) e (c) Distribuição de temperaturas ao longo da espessura no curvamento com frequência de 500 Hz em função da profundidade de penetração das correntes induzidas.

O gráfico da figura 23a compara a geração de calor na camada afetada formada durante os curvamentos a quente com frequência de 2500 Hz e 500 Hz. A figura 23b representa indiretamente os efeitos das alterações de espessura de parede na distribuição das isotermas. A figura 23c mostra que a geração de calor torna-se maior à medida do aumento das camadas efetivamente aquecidas por resistência a passagem de correntes induzidas onde a potência de curvamento se dissipa em forma de calor.

3.2.5. Metodologia de avaliação do curvamento

Para avaliar o efeito do curvamento nas propriedades do tubo, foram realizados ensaios mecânicos de tração, Charpy-V e microdureza a partir de cupons removidos das regiões de interesse do tubo curvado de acordo com o esquema apresentado na figura 24.

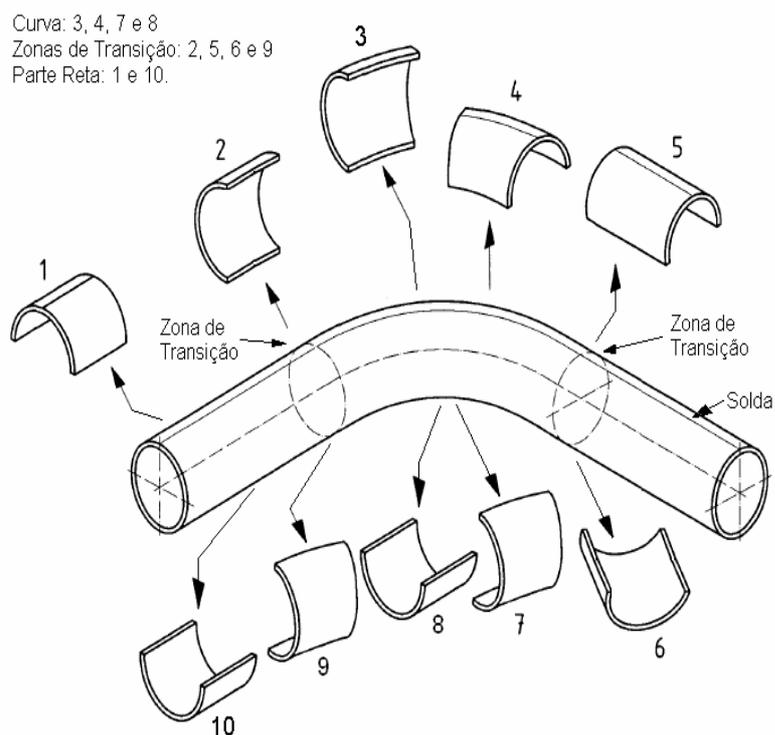


Figura 24 – regiões do tubo curvado.

As principais regiões formadas pelo curvamento a quente, relatadas na norma ABNT NBR 15273:2005 [66] são:

- Extradorso (3) – é a seção externa do arco da curva;
- Intradorso (7) – é a seção interna do arco na curva;
- Linha neutra oposta a solda (8) e na junta soldada (4);
- Respectivas zonas de transição para o trecho reto.

Todas as regiões estudadas (curva, zonas de transição e trecho reto), exceto a junta soldada, foram amostradas a partir de seções do tubo com comprimento de aproximadamente 150 mm de largura por 150 mm de comprimento e aproximadamente 19 mm de espessura. A junta soldada foi amostrada de seções de 350 mm de largura por 350 mm de comprimento e aproximadamente 19 mm de espessura. Destas seções foram retirados os corpos de prova de Charpy, tração e para metalografia.

3.2.5.1. Ensaio de tração

Os corpos de prova e ensaios de tração foram obtidos e realizados segundo a norma API 5L [03] e ASTM A 370 [67]. Nas regiões fora das juntas soldadas usinou-se corpos de prova de tração cilíndricos e reduzidos, removidos na transversal ao sentido original de laminação para o trecho reto, zonas de transição e trechos curvados. As dimensões dos corpos de prova transversais ao sentido inicial de laminação encontram-se na figura 25a. Nas regiões das juntas soldadas os corpos de prova são transversais a solda longitudinal, figura 25b, e suas dimensões encontram-se detalhadas na figura 25c. Os resultados obtidos correspondem as médias de três corpos de prova por região.

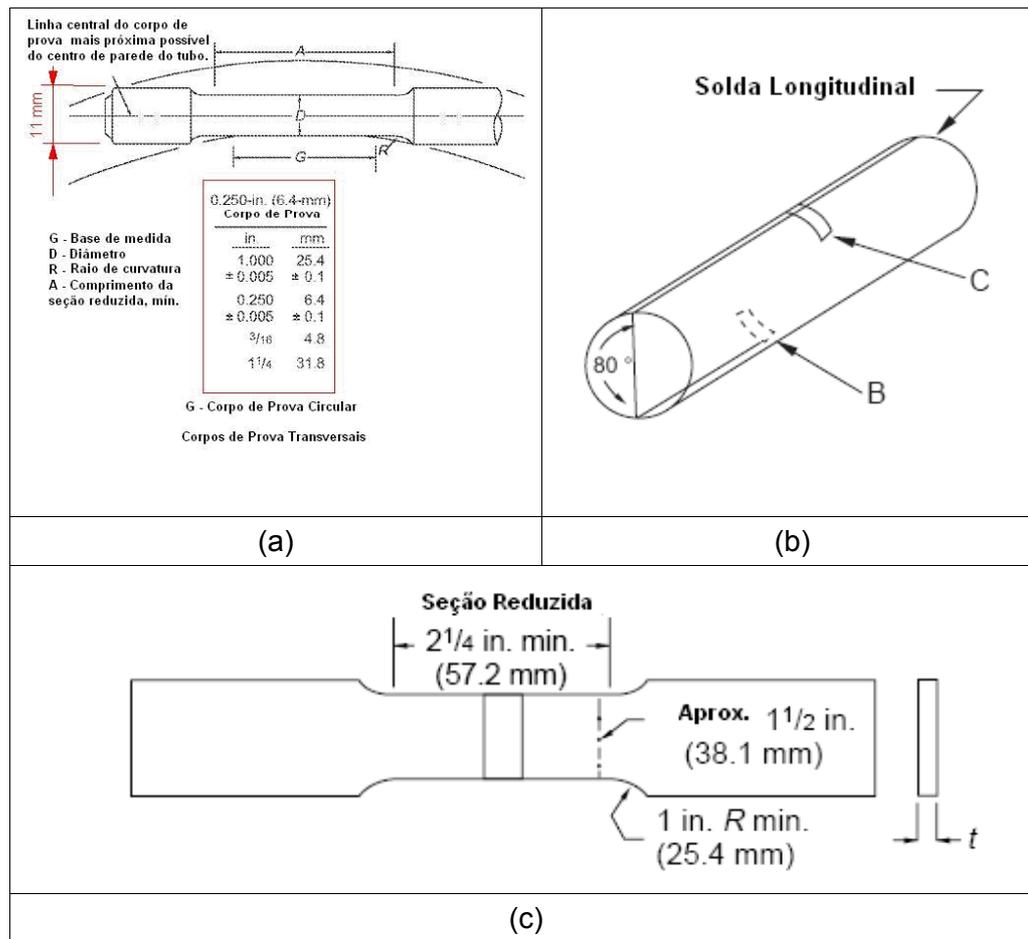


Figura 25 - Dimensões dos corpos de prova, segundo a norma API 5L, removidos das regiões de interesse do tubo curvado. (a) Corpos de prova de tração transversais API cilíndricos reduzidos, (b) Posicionamento dos corpos de prova de tração API na junta soldada e (c) Corpos de prova API na junta soldada.

3.2.5.2. Ensaio Charpy

Os corpos de prova para realização de ensaio de impacto Charpy foram usinados com entalhe tipo V a partir de corpos de prova removidos, de forma padronizada para todos os trechos estudados, na transversal ao sentido original de laminação. Assim, a propagação das trincas durante o ensaio ocorre no sentido longitudinal ao sentido original de laminação. As dimensões dos corpos de prova, figura 26, e os ensaios foram realizados de acordo com as normas API 5L 2004 [03] e ASTM A 370 [67]. A temperatura de ensaio foi de 0°C e os resultados obtidos correspondem as médias de três corpos de prova por região.

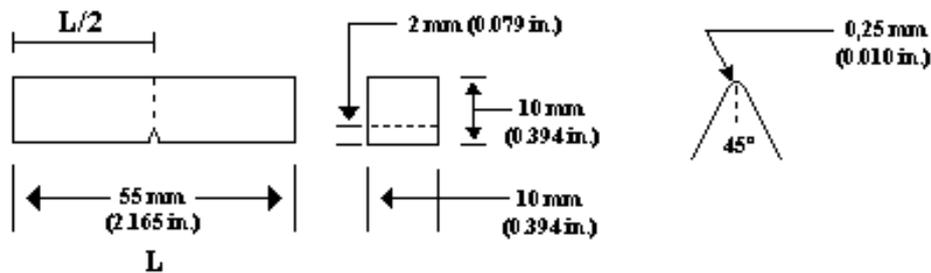


Figura 26 – Dimensões dos corpos de prova de impacto Charpy 10 x 10 x 55 mm com entalhe em V de acordo com a ASTM A 370 [67].

Os corpos de prova Charpy retirados na região da junta soldada longitudinal foram usinados transversalmente ao cordão longitudinal com entalhe centralizado no cordão de solda. Para a zona termicamente afetada o entalhe foi centralizado na região entre os passes de raiz e enchimento da junta soldada longitudinal SAW.

Todos os corpos de prova de tração reduzidos e de Charpy foram obtidos centralizados na espessura de parede do tubo. Esta posição exclui parcialmente os efeitos microestruturais das camadas mais externas e mais internas da espessura do tubo nos resultados obtidos de tração e Charpy.

3.2.5.3. Ensaio de microdureza

Para caracterizar os efeitos do curvamento a quente optou-se pela realização de perfis de microdureza HV ao longo da espessura do tubo nas regiões da curva, zonas de transição e trecho reto. A carga aplicada aos perfis foi padronizada em 500 g (0,5 kg) e o tempo de penetração fixo em 15 s. Os perfis de microdureza foram realizados de acordo com o esquema da figura 27a.

Para avaliar o efeito dos tratamentos térmicos realizados na curva 2500 Hz foram realizadas cinco medidas através da espessura do tubo nas seções externa, central e interna de acordo com o esquema da figura 27b.

Nas regiões da curva, zona de transição e trecho reto da junta soldada os perfis de microdureza HV (1,0 Kg, 15 s) visavam verificar os efeitos do curvamento a quente nos perfis levantados da junta soldada na curva e zona de transição (linha neutra na solda) em comparação ao perfil obtido para a junta soldada no trecho reto. O esquema encontra-se na figura 27c.

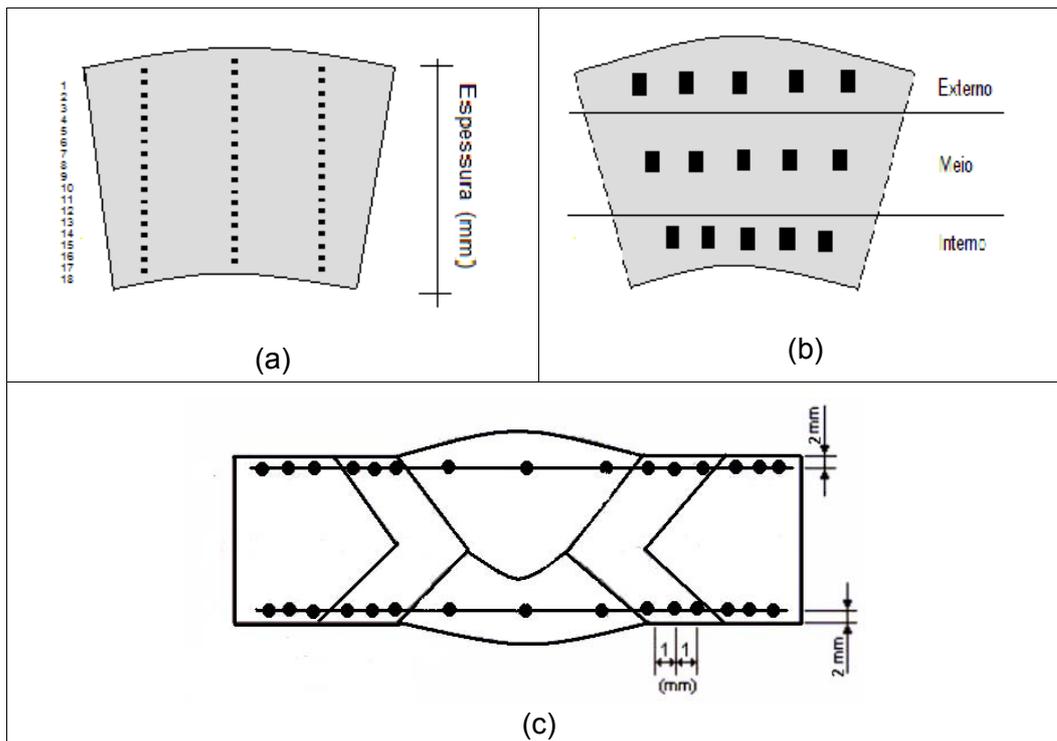


Figura 27 – (a) Perfil de microdureza em função da espessura, (b) esquema para distribuição de microdureza em função da espessura do tubo aplicado para verificar endurecimento secundário após revenimento e (c) perfil de microdureza na região da junta soldada longitudinal presente no tubo submetido a curvamento a quente.

Após aplicação de tratamentos térmicos laboratoriais (com transformações em resfriamento contínuo e isotérmico) em amostras do trecho reto, foi caracterizada a microdureza HV de alguns microconstituintes.

Para caracterizar uma possível presença ou ausência do fenômeno de precipitação interfásica procedeu-se a realização medições de microdureza HV (0,05 kg, 15 s) em 100 grãos individuais de ferrita em amostragem do trecho reto do tubo e parte interna da espessura de parede na curva (no intradorso 2500 Hz). Com a aquisição destes dados procedeu-se a elaboração de histogramas para possibilitar a avaliação da distribuição dos valores de microdureza. Deste modo buscou-se identificar a presença de grãos cujo endurecimento poderia está associado a mecanismos de endurecimento, como por exemplo, precipitação interfásica ou discordâncias.

3.2.6. Tratamentos térmicos

Nesta seção serão descritos os tratamentos térmicos utilizados, os quais aplicaram em sua etapa final resfriamento contínuo, com e sem utilização de patamar isotérmico, e cujos parâmetros utilizados estão descritos nas tabelas 9 e 10, respectivamente.

3.2.6.1. Tratamentos térmicos I

São tratamentos térmicos com transformações em resfriamento contínuo que foram aplicados em amostras do trecho reto, visando simular a evolução microestrutural ao longo da espessura de parede na curva, através da aplicação de diferentes temperaturas de austenitização e taxas de resfriamento.

Tabela 09 – Tratamentos térmicos I aplicados ao trecho reto

Temperatura de Austenitização* (°C)	Tempo de Encharque (Min.)	Meio de Resfriamento	Tratamento térmico posterior
1000	30	Água Óleo Ar Forçado Ar Calmo	Com e sem revenimento a 500°C/1h.
950		Água	Com revenimento a 500°C/1h.
900		Água Óleo Ar Forçado Ar Calmo	Com e sem revenimento a 500°C/1h.

*Em cupons de 150 x 150 x 19 mm (massa aproximada de 1700 g) a taxa média de aquecimento no forno foi de $68 \pm 9,5$ °C/min.

Os tratamentos térmicos realizados em laboratório utilizaram temperaturas de austenitização de 900°C, 950°C e 1000°C. Durante o curvamento a quente, nas regiões mais próximas a bobina de indução, a temperatura pode chegar até 1050°C. De modo a compreender como estes tratamentos podem afetar o aço API X80 estudado, foi realizado um cálculo empírico da temperatura AC_3 , a qual fica em torno de 873°C, indicando que todas as temperaturas utilizadas estão acima da temperatura estimada.

Para determinar os efeitos das taxas de resfriamento, sem o revenimento posterior, amostras com massa aproximada de 50 g foram austenitizadas a 1000 e 900°C e resfriadas nos meios de resfriamento citados na tabela 09.

Os volumes de cada meio resfriador aplicado foram mantidos proporcionais as massas de aço resfriadas, por exemplo, a massa de aço por litro de água foi mantida em aproximadamente 88 g/L.

3.2.6.2. Tratamentos térmicos II

São tratamentos térmicos com transformações em resfriamento contínuo e também com a aplicação de patamar de resfriamento isotérmico.

O diagrama TTT é obtido através do resfriamento a partir do campo austenítico processado em isotermas de interesse e etapa de resfriamento final em água até a temperatura ambiente, obtendo para uma determinada temperatura e tempo de transformação um registro da fração volumétrica dos microconstituintes transformados para aquela condição, sendo os limites da faixa percentual que delimitam o início e o final de uma transformação fixados em 0,5% e 99,5%, respectivamente. As transformações isotérmicas são de grande valor para a compreensão da evolução microestrutural e realização de tratamentos térmicos nos aços. Do ponto de vista prático, as curvas CCT são as mais indicadas com objetivo de verificar estruturas resultantes de transformações de resfriamento contínuo [12].

A figura 28 esquematiza a curva contínua de resfriamento para um chapa de aço API X80 fabricado pela Usiminas [54].

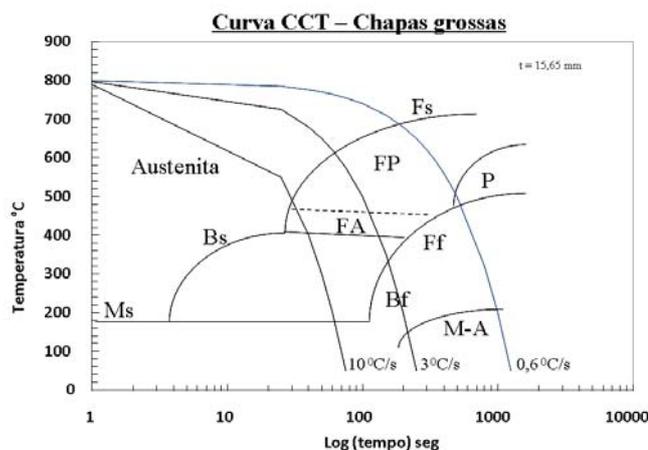


Figura 28 – Curva CCT para chapa grossa de aço API 5L X80, onde Ms é a temperatura de início da transformação martensítica, Bs e Bf são temperaturas de início e final da reação bainítica, respectivamente.

Em função da análise dos dados expostos na curva CCT é possível observar que para taxas de resfriamento próximas de 10°C/s a estrutura tende a se tornar ferrítica – bainítica. O constituinte AM é observado em taxas de resfriamento mais baixas, na faixa de 3 a 0,6°C/s.

As equações empíricas elaboradas por Andrews, K. W e Bordner permitem estimar valores para as temperaturas de início da transformação martensítica (Ms) e da bainita superior (Bs), de acordo com as equações 16 e 17, respectivamente.

$$Ms = 539 - 423 \times \%C - 30,4 \times \%Mn - 17,7 \times \%Ni - 12,1 \times \%Cr - 7,5 \times \%Mo \text{ (equação 16) [54]}$$

$$Bs = 719 - 127 \times \%C - 50 \times \%Mn - 31 \times \%Ni - 27 \times \%Cr - 61 \times \%Mo \text{ (equação 17) [54]}$$

$$Bs = 830 - 270(\%C) - 90(\%Mn) - 37(\%Ni) - 70(\%Cr) - 83(\%Mo) \text{ (equação 18) [35, 45]}$$

Para o cálculo da temperatura Bs foram encontradas duas equações empíricas (equações 17 e 18) aferindo pesos diferentes aos elementos de liga que compõem seus termos, em função da bibliografia pesquisada [35, 45, 54]. O procedimento para o cálculo do valor final da temperatura Bs foi a média dos valores encontrados. Embora não tenha sido encontrado, na literatura pesquisada, nenhuma equação empírica para o cálculo de Bi (temperatura de formação da bainita inferior), Honeycombe [35] cita um valor para Bi que é exatamente a média entre Bs e Ms, servindo, portanto, como procedimento de cálculo para se obter um valor de referência.

Visando caracterizar a morfologia da bainita superior e a partir do cálculo da temperatura Bs procedeu-se o resfriamento em condições parcialmente isotérmicas do trecho reto, austenitizando-o a 1000°C durante 30 minutos, transferindo a peça para outro forno a temperatura de Bs (623°C), no qual foi encharcada durante 15 minutos, e resfriando o corpo de prova de massa 45 g em água. O mesmo procedimento foi adotado para os tratamentos com aplicação de resfriamentos isotérmicos nas temperaturas de 700°C, Bi (bainita inferior) e Ms (martensita).

A aplicação do tratamento a 700°C visou obter produtos de transformação de altas temperaturas. O objetivo inicial em realizar as transformações isotérmicas era obter a caracterização microestrutural das morfologias clássicas de bainitas, martensita de baixo carbono e perlita, além da obtenção de valores padrões de microdureza.

Na prática, ao realizar variações das condições finais de resfriamento (após a aplicação do patamar em temperaturas onde ocorreram as transformações isotermais) foi possível observar na microestrutura o importante efeito da difusão do carbono aliado a aplicação de taxas de resfriamento.

Tabela 10 – Tratamentos térmicos II aplicados ao trecho reto

Isotermas	Temperatura de Austenitização (°C) – Tempo de encharque (Min.)	Temperatura da Isoterma (°C) – Tempo de encharque	Meio de Resfriamento
700	1000°C – 30 min.	700 °C – 15 min.	Água, Ar calmo e Forno
Bs		622 °C – 15 min.	Água
Bi		542 °C – 15 min.	Água
Ms		462 °C – 15 min.	Água e Ar calmo

3.2.6.3.

Tratamentos térmicos de revenimento após curvamento a quente

No procedimento de curvamento a quente é aplicado, posteriormente, um tratamento térmico de revenimento ao material curvado, incluindo a parte reta. O objetivo inicial deste tratamento térmico era realizar um alívio de tensões, porém também pode ser aplicado com a finalidade de elevar o limite de escoamento. Assim sendo, buscou-se a otimização da temperatura de revenimento visando obter endurecimento por precipitação para promover a recuperação do limite de escoamento nos trechos da curva.

De modo a investigar qual seria a melhor temperatura de revenimento foram aplicados aos trechos da curva 2500 Hz os tratamentos térmicos mostrados na tabela 11, que exhibe as temperaturas utilizadas nos ensaios laboratoriais dos tratamentos térmicos de revenimento aplicados a curva 2500 Hz.

Tabela 11 – Parâmetros dos tratamentos térmicos posteriores ao curvamento a quente aplicados, em escala laboratorial, a trechos de 150 x 150 mm da curva 2500 Hz.

Temperatura de revenido (°C) (Laboratorial)	Trechos da curva	Tempo de revenido e meio de resfriamento
400	Linha Neutra	Patamar de encharque de 1 hora seguido de resfriamento em ar calmo.
550	Linha Neutra	
600	Extradorso Intradorso Linha Neutra	
650	Extradorso Intradorso Linha Neutra	
700	Linha Neutra	

A tabela 12 mostra os parâmetros utilizados nos tratamentos térmicos de revenimento aplicados, em escala industrial, a trechos do tubo curvado com frequência de 2500 Hz. Para este curvamento foram aplicados os dois tipos de tratamentos térmicos, laboratorial e industrial, de modo a comparar os efeitos destes no aço em estudo. O tratamento térmico de revenimento a 600°C foi aplicado ao material curvado com frequência de 500 Hz, somente em escala laboratorial.

Tabela 12 – Parâmetros dos tratamentos térmicos posteriores ao curvamento a quente aplicados, em escala industrial, a segmentos de tubo removidos da curva 2500 Hz.

Temperatura de revenido (°C) (Industrial)	Trechos	Parâmetros
500	Extradorso, Intradorso, Linha Neutra,	Aquecimento até 300 °C: Livre; De 300°C até 500 °C: taxa de aquecimento de 100 °C/h; Temperatura e Tempo de Patamar: 500°C por 1 hora; De 500°C até temperatura ambiente: ar calmo.
600	Extradorso, Intradorso, Linha Neutra, Zonas de Transição, Trecho reto.	Aquecimento até 400 °C: Livre; De 400 °C até 600 °C: taxa de aquecimento de 100 °C/h; Temperatura e Tempo de Patamar: 600 °C por 1 hora; De 600 °C até temperatura ambiente: ar calmo.
650	Extradorso, Intradorso, Linha Neutra, Zonas de Transição, Trecho reto.	Aquecimento até 550 °C: Livre; De 550 °C até 650 °C: taxa de aquecimento de 100 °C/h; Temperatura e Tempo de Patamar: 650 °C por 1 hora; De 650 °C até temperatura ambiente: ar calmo.

3.2.7. Caracterização microestrutural

A caracterização metalográfica visou determinar a evolução microestrutural que ocorre ao longo da espessura nos trechos da curva. As características microestruturais observadas foram:

- Tamanho de grão da austenita prévia;
- Fração volumétrica (ferrita primária, ferrita com segunda fase alinhada, agregados de ferrita e cementita e constituinte AM);

A figura 29 exhibe o esquema adotado para a realização dos perfis microestruturais na curva, aplicando imagens de microscopia óptica. A figura 29a mostra que foram contados 10 campos por região ao longo da espessura de parede do tubo na curva (a 1 mm das superfícies externa e interna da espessura de parede do tubo e a 10 mm da superfície externa). O tamanho de grão da austenita prévia, figura 29b, foi caracterizado pelo método do intercepto linear de acordo com a norma ASTM E 112-96 [65] e a fração volumétrica dos microconstituintes foi determinada plotando sobre as imagens dos campos analisados uma grade com o número de pontos internos adaptados ao tamanho e espaçamento dos microconstituintes de interesse (150 pontos), de acordo com o método da contagem dos pontos da norma ASTM E562-95 [66]. As figuras 29c e 29d exemplificam, de maneira ilustrativa, o uso das grades sobrepostas na contagem de ferrita poligonal e constituinte AM, respectivamente.

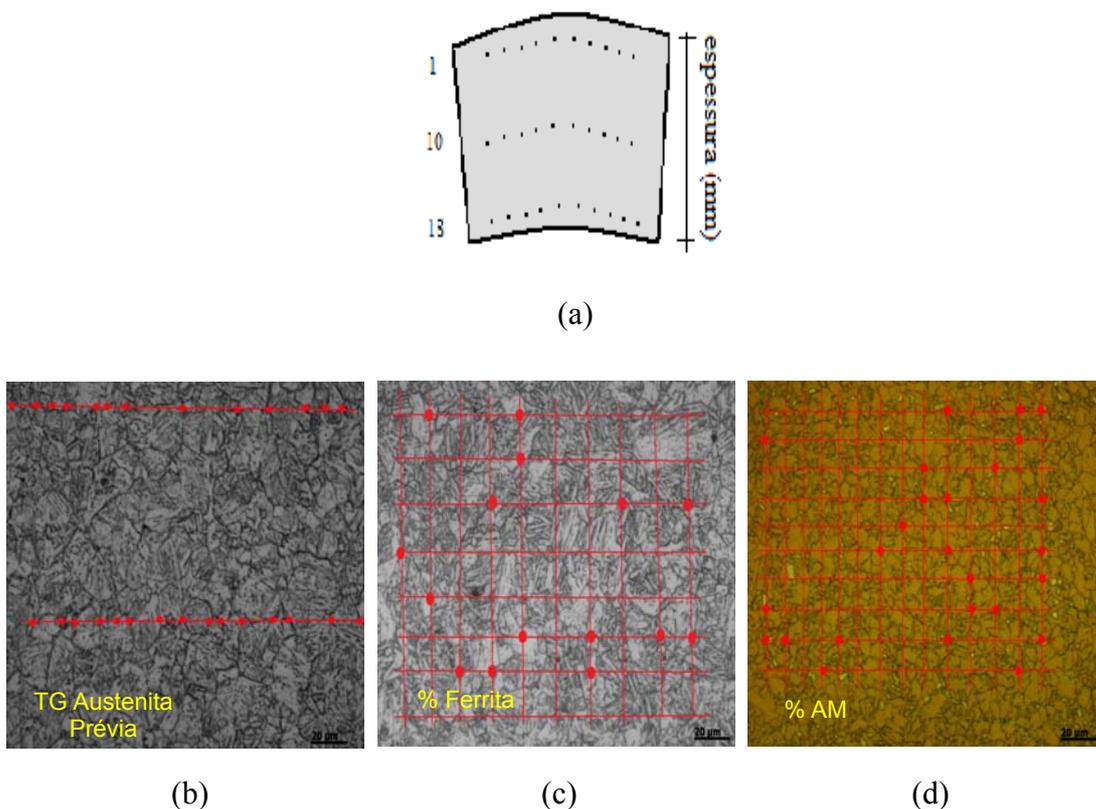


Figura 29 – (a) Esquemas dos perfis microestruturais levantados nos trechos de curva. (b) Tamanho de grão da austenita prévia, com ataque para delinear contorno de grão austenítico, (c) Fração volumétrica de ferrita poligonal, com ataque nital 2% e (d) Fração volumétrica de constituinte AM, com ataque LePera modificado.

De modo a avaliar o efeito dos tratamentos térmicos sobre a precipitação procedeu-se a extração dos precipitados através da aplicação de técnicas de dissolução ácida da matriz metálica. Por microscopia eletrônica de varredura (EDS) foram identificados os elementos de liga presente na composição química dos resíduos de extração e dos precipitados identificados na matriz metálica. As microscopias eletrônicas de varredura e de transmissão caracterizaram morfologicamente os precipitados. Microscopia óptica também foi usada na observação de precipitações mais grosseiras.

Para a dissolução ácida da matriz do aço API X80 foi adotado o seguinte procedimento [31,34]:

- Solução aquosa de ácido clorídrico 1:1 (50 mL de HCl para 50 mL de água destilada);
- Lixamento e pré dissolução de 30 minutos para limpeza superficial das amostras;
- Pesagem para determinação da massa inicial;
- Dissolução por imersão das amostras no meio ácido, a temperatura ambiente, durante o tempo necessário para obtenção de uma quantidade satisfatória de resíduos;
- Secagem e pesagem dos filtros de papel utilizados;
- Filtragem das soluções, separando-as dos resíduos e lavagem dos resíduos com água destilada;
- Remoção, lavagem e pesagem das partes não dissolvidas das amostras;
- Secagem dos filtros com resíduos e pesagem para a determinação do percentual de resíduos extraídos;
- Identificação qualitativa dos elementos químicos das partículas pertencentes aos resíduos foi realizada através de EDS por microscopia eletrônica de varredura.

A amostragem a ser avaliada era composta pelo trecho reto como recebido e tratado termicamente em revenido industrial a 600°C, e amostras do trecho curvado na região do extradorso sem revenimento. A amostragem do trecho curvado foi separada em função da espessura, sendo obtidas amostras das superfícies externa e interna da espessura de parede na curva (extradorso).

Por microscopia óptica (MO) foi possível verificar a presença, no resíduo extraído, de partículas mais grosseiras de carbonitreto de Nb e Ti através de sua coloração alaranjada.

3.2.7.1. Descrição dos ataques químicos

De modo a caracterizar o material estudado foram utilizados diferentes tipos de ataques químicos e eletroquímicos, onde cada um deles visava a identificação de uma determinada característica. A tabela 13 mostra os tipos de ataques utilizados.

Tabela 13 – Ataques, formulação e indicações de uso.

Ataque Químico	Descrição	Indicações
Nital 2%	2mL HNO ₃ (ácido nítrico) 98 mL etanol (95% ou absoluto)	Revela contorno de grão da ferrita. [61]
Picral 4%	4 g ácido pícrico 100 mL etanol (95% ou absoluto)	Bom para estruturas pré-aquecidas, temperadas, detecta martensita, carbonetos e estruturas bainíticas. Pode ser utilizado combinado com nital 2%. [61]
Metabissulfito de sódio 10%	10 g Na ₂ S ₂ O ₅ (metabissulfito de sódio) 100 mL água destilada (pré atacar com Nital 2%)	Distingue por diferença de coloração a ferrita, perlita, martensita e a austenita retida. [61]
Behara 10/3	3g K ₂ S ₂ O ₅ (metabissulfito de potássio) 10 g Na ₂ S ₂ O ₃ (tiosulfato de sódio) 100 mL H ₂ O (pré atacar com Nital 2%)	Tint Color. Diferenciará os grãos dos microconstituintes pela cor. [61]
LePera	Solução 1: 1 g metabissulfito de sódio 100 mL água destilada Solução 2: 4 g ácido pícrico 100 mL álcool etílico Mistura 1:1 Pré-ataque: Nital 2%	Diferencia as microestruturas em função da diferença de coloração. [62]
Ataque eletrolítico duplo IKAWA	Ataque 1: (6V; 10s) Solução 1: 5 g EDTA 0,5 g fluoreto de sódio 100 mL água destilada Ataque 2: (6V; 100s) Solução 2: 5 g Ácido pícrico 25 g Hidróxido de sódio 100 mL água destilada	A solução 1 revela contornos de grão de ferrita e a solução 2 ataca preferencialmente carbonetos deixando constituinte AM em alto relevo. Observação em MEV. [60]
LePera Modificado	LePera + Ataque com solução 2 de IKAWA	Observar AM em Microscopia Óptica [68]
Austenita Prévia	6 g ácido pícrico, 2 mL ácido clorídrico 100 mL éter etílico 100 mL água destilada 20 mL detergente	Revelar contorno de grão da austenita prévia de amostras deformadas e, principalmente, temperadas. [69]

Uma maneira de melhorar um pouco o contraste do resultado do LePera Modificado foi reatacar rapidamente a amostra no LePera novamente. A seqüência de ataques aplicada (nital 2% + LePera + 2° eletrolítico de Ikawa + LePera) permitiu distinguir o constituinte AM da cementita e dos carbonetos de liga, além de diferenciar AM massivo de parcialmente decomposto.

A coloração obtida com os ataques coloridos, que utilizam os reagentes citados na tabela 03, é referente a condições específicas de composição química e processamento. Assim, caso do aço API X80, a identificação microestrutural a partir dos Tint color deverá ser avaliada de maneira criteriosa, pois as respostas a aplicação destes reagentes pode não corresponder a coloração citada na tabela 03.

3.2.7.2.

Metodologia utilizada em microscopia eletrônica de transmissão

Para observação por microscopia eletrônica de transmissão as amostras tiveram suas espessuras reduzidas mecanicamente até 200 μm e em seqüência foram afinadas por polimento eletrolítico utilizando uma solução de 90% de ácido acético e 10% de ácido perclórico. Os parâmetros utilizados durante o polimento eletrolítico foram corrente de 30 mA, voltagem de 10 V, temperatura de 15°C, sendo que o fluxo (flowrate) aplicado correspondia a FR3. A microscopia eletrônica de transmissão foi utilizada para observar nas folhas finas o fenômeno metalúrgico do endurecimento secundário, no qual uma precipitação fina interage com as discordâncias ancorando-as mecanicamente e gerando a elevação do limite de escoamento. Outra aplicação foi a observação microestrutural das amostras no estado como curvado em comparação com o estado como tratado termicamente.