

# CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL AO LONGO DA ESPESSURA DE CHAPA GROSSA DE AÇO MICROLIGADO PARA TUBOS API 5L-X65<sup>1</sup>

*Paulo Henrique Ogata<sup>2</sup>  
Helio Goldenstein<sup>3</sup>  
Antonio Augusto Gorni<sup>4</sup>  
Fernando José Gomes Landgraf<sup>5</sup>*

## **Resumo**

Chapas de aços microligados para tubos API 5L-X65 tendem a apresentar uma linha central de segregação no centro da chapa originada pelo lingotamento contínuo da placa que lhe deu origem. O presente trabalho caracterizou as microestruturas de regiões diferentes da chapa, utilizando os reagentes químicos Nital 3% e Klemm 1. As imagens foram obtidas por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. Foram observados constituintes como ferrita, perlita, perlita degenerada, bainita e martensita-austenita foram observadas. No centro da chapa houve uma maior concentração de agregados eutetóides e constituinte MA em relação às outras regiões da chapa. Foram feitas medidas de dureza foram feitas ao longo da espessura da chapa e microdureza de microconstituintes isolados presentes em diferentes regiões da chapa.

**Palavras-chave:** Aço microligado; Segregação; Microestrutura; API 5L-X65.

## **MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION ALONG THE THICKNESS OF PLATE FOR MICROALLOYED PIPELINE STEEL API 5L-X65.**

## **Abstract**

The plate of microalloyed pipeline steel API 5L-X65 have a line of segregation in the center of the plate, related to the continuous casting process. This work aims to characterize the microstructures of different regions of the plate, using the chemical reagents: nital 3% and Klemm 1. The images were obtained by optical microscope and scanning electron microscope. Microstructures such as ferrite, pearlite, degenerated pearlite and bainite were found. At the center of the plate there was a greater concentration of eutectoid aggregates and MA than on other regions. Measurements were made of the hardness profile of the plate and microhardness of specific microconstituents in different regions of the plate.

**Key words:** Microalloyed steel; Segregation; Microstructure; API 5L-X65.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 64º Congresso Anual da ABM, 13 a 17 de julho de 2009, Belo Horizonte, MG, Brasil.*

<sup>2</sup> *Tecnólogo em Materiais. Estudante de Mestrado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade de São Paulo USP.*

<sup>3</sup> *Professor do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade de São Paulo USP. Engenheiro Metalurgista, M. Eng., D. Eng.*

<sup>4</sup> *Membro da ABM. Engenheiro de Materiais, M. Eng., D. Eng., Analista de processos da Gerência de Suporte Técnico da Laminação a Quente, Companhia Siderúrgica paulista – COSIPA, Cubatão SP.*

<sup>5</sup> *Professor do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade de São Paulo USP. Engenheiro Metalurgista, M. Eng., D. Eng.*

## 1 INTRODUÇÃO

Todo produto siderúrgico inevitavelmente apresenta algum grau de segregação em sua porção central decorrente das condições peculiares de solidificação do semiproduto que lhe deu origem.

O processo de solidificação dos metais ocorre desde a região mais externa do molde até o centro, obedecendo ao gradiente térmico existente. Como a solubilidade dos elementos de liga é menor no metal sólido do que no líquido, eles se movimentam por difusão para o metal líquido, concentrando-se na porção central da placa. A esse fenômeno é dado o nome de macrossegregação.

A maior concentração de elementos de liga no centro da placa é parcialmente herdado pela chapa laminada. Essa diferença de concentração entre o centro e a periferia da chapa pode levar a ligeiras alterações microestruturais que eventualmente podem ser reconhecidas nas propriedades mecânicas locais.

Este trabalho teve como objetivo a caracterização microestrutural ao longo da espessura de uma chapa grossa de aço microligado usada para a fabricação de tubos API 5L-X65, visando verificar as eventuais alterações decorrentes da segregação ocorrida durante a solidificação da placa durante seu lingotamento contínuo.

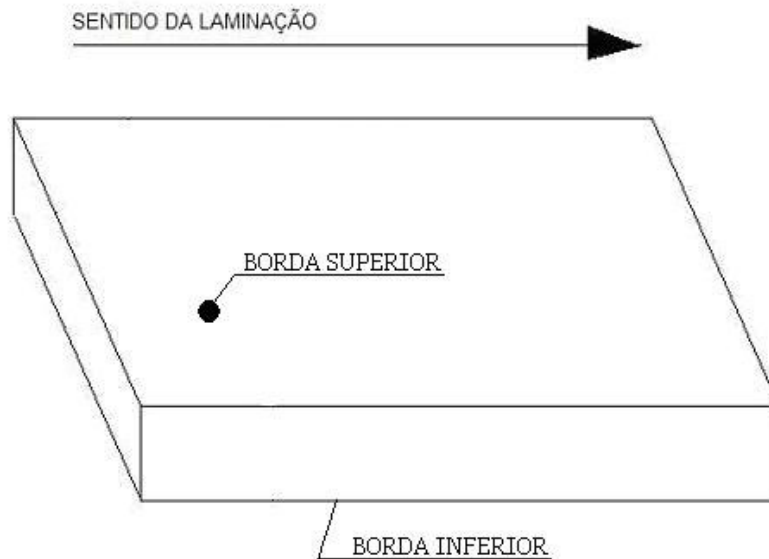
## 2 MATERIAL E MÉTODOS

Foi estudado uma chapa grossa de aço microligado usada para a fabricação de tubos A.P.I. da série API 5L X65 produzida pela COSIPA. A chapa possuía dimensões de 17,48 x 375 x 465 mm. Sua composição química está especificada na Tabela 1.

**Tabela 1:** Composição química (% em peso) do aço API X65

<i>C</i>	<i>Mn</i>	<i>P</i>	<i>S</i>	<i>Si</i>	<i>Al</i>	<i>Nb+Ti+V</i>	<i>N</i>
0,095	1,49	0,018	0,002	0,23	0,044	0,1% máx.	0,005

A Figura 1 mostra a identificação das regiões na chapa estudada. A superfície superior é a região que ficou em contato com o ar, enquanto que a superfície inferior é a região que ficou em contato com a mesa de rolos.



**Figura 1.** Identificação das diferentes regiões na chapa.

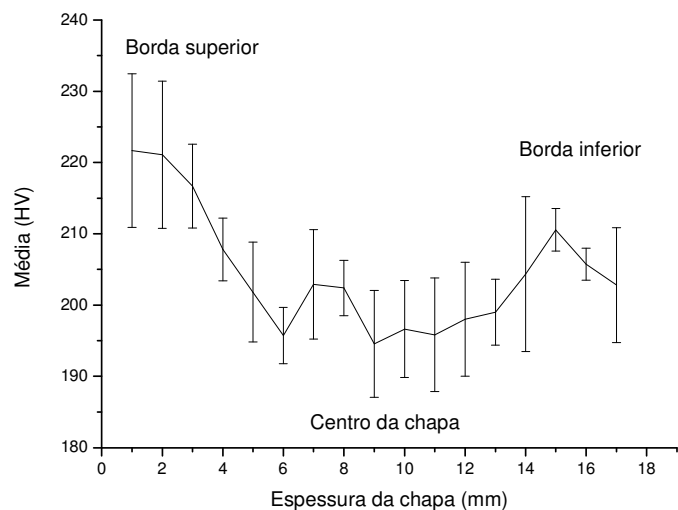
As amostras foram cortadas no sentido longitudinal da chapa e embutidas em baquelite. Suas superfícies foram lixadas e polidas, e a seguir atacadas com Nital 3%. Foram utilizados diferentes ataques metalográficos (Nital 3% e Klemm 1)<sup>(1)</sup> para se revelar as microestruturas, as quais foram visualizadas em microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura. Ensaios de microdureza foram realizados para verificar a ocorrência de eventuais diferenças de dureza ao longo da espessura da chapa, aplicando-se 300 g de carga e espaçamento entre as endentações de 1 mm. Nas medidas de dureza em microconstituintes isolados foi utilizada carga de 5g.

O tamanho de grão e a fração volumétrica foram determinados através do analisador de imagem marca ImageJ do Laboratório de Transformações de Fase EPUSP.

### **3 RESULTADOS**

#### **3.1 Durezas ao Longo da Espessura da Chapa**

A análise da Figura 2 mostra que a dureza da superfície superior da chapa apresentou dureza superior em relação às demais regiões da chapa. A menor dureza constatada no centro da chapa deve ter sido causada pela menor velocidade de resfriamento nessa região, ao contrário do que foi constatado na superfície inferior. O contato dessa região da chapa com a mesa de rolos deve ter contribuído para a ocorrência de menor velocidade de resfriamento.



**Figura 2.** Perfil de durezas observado na chapa.

### 3.2 Dureza de Microconstituintes Isolados em Diferentes Regiões da Chapa

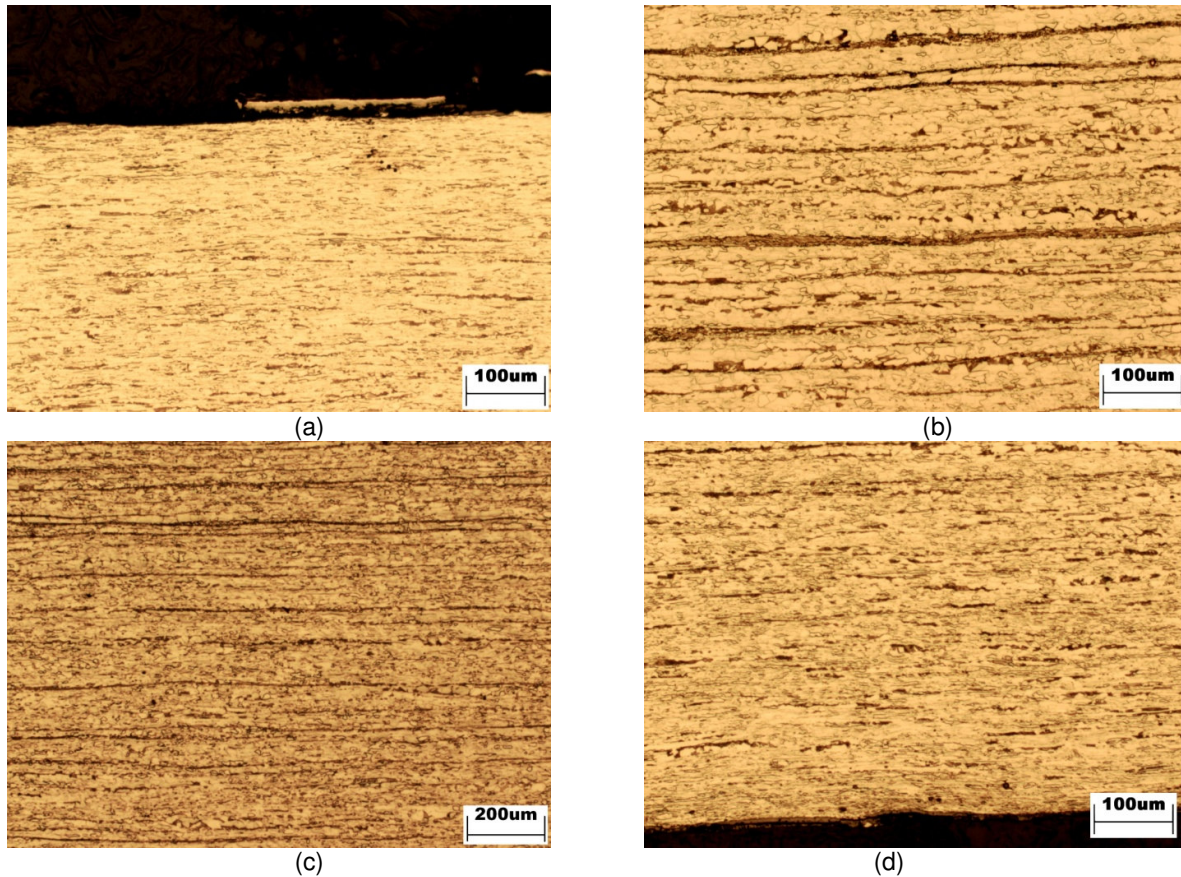
A dificuldade encontrada em acertar as endentações sobre os microconstituintes isolados limitou o número de medidas realizadas. A dureza média dos microconstituintes em regiões diferentes da chapa pode ser observada na Tabela 1.

**Tabela 1.** Dureza Vickers de microconstituintes isolados em diferentes regiões da chapa.

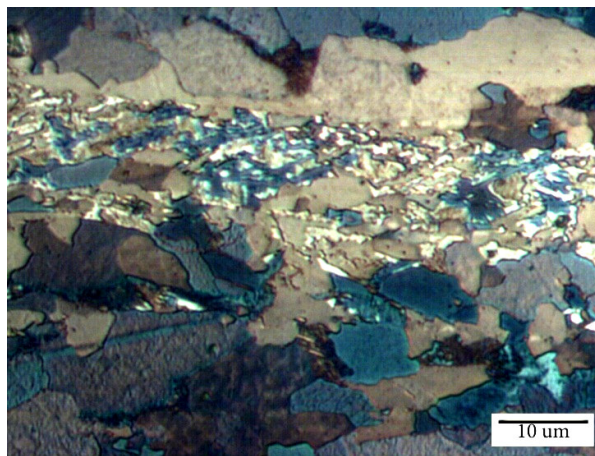
	Região Central da chapa	Borda da chapa
Agregado eutetóide	250±2	270±8
Ferrita	190±1	210±2

### 3.4 Caracterização por Microscopia Óptica (MO)

Através da análise das imagens obtidas por MO verificou-se que a chapa analisada apresentou uma linha de segregação central herdada da placa produzida por lingotamento contínuo, como mostra a Figura 3. A Figura 3a e Figura 3d representam as regiões próximas às superfícies maiores da chapa e as Figura 3b e Figura 3c o centro da chapa. Analisando-se as três regiões nota-se uma maior concentração de agregados no centro da chapa em relação às bordas. Sant'ana<sup>(2)</sup> utilizou o reagente químico Klemm1 para a identificação do MA. O mesmo ataque foi utilizado para verificar se havia concentração de MA no centro da chapa. A Figura 4 mostra uma concentração de microconstituente MA no centro da chapa, identificados pelos microconstituintes de coloração branca.



**Figura 3.** Microestrutura óptica da região central da chapa na condição como fornecida. a) Borda superior da chapa. b) centro da chapa 100X. c) centro da chapa 50X. d) borda inferior. Reagente utilizado: Nital 3%.



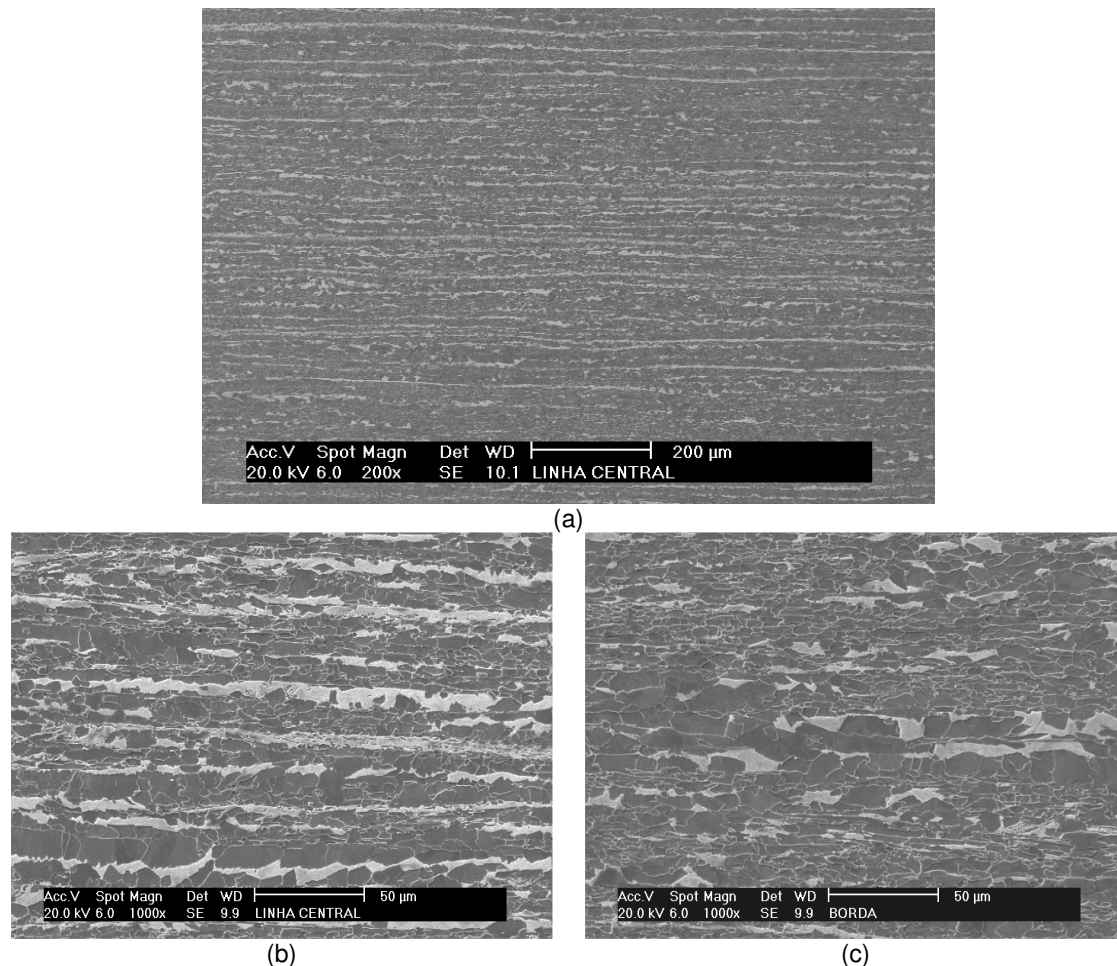
**Figura 4.** Detalhe da região central da chapa, revelando concentração de microconstituente MA (coloração branca). Micrografia feita por MO ampliada de 1000X. Ataque: reagente químico KLEMM1.

### 3.5 Caracterização Microestrutural por Microscópio Eletrônico de Varredura

O centro da chapa apresenta bandas alternadas de ferrita e agregados eutetóides (Figura 5a). Os agregados eutetóides (Figura 5b) mostraram-se continuamente alinhados.

Na região das bordas os agregados eutetóides apresentaram-se mais homogêneos, com linhas bandeadas de agregados eutetóides intercaladas na matriz ferrítica (Figura 5c).

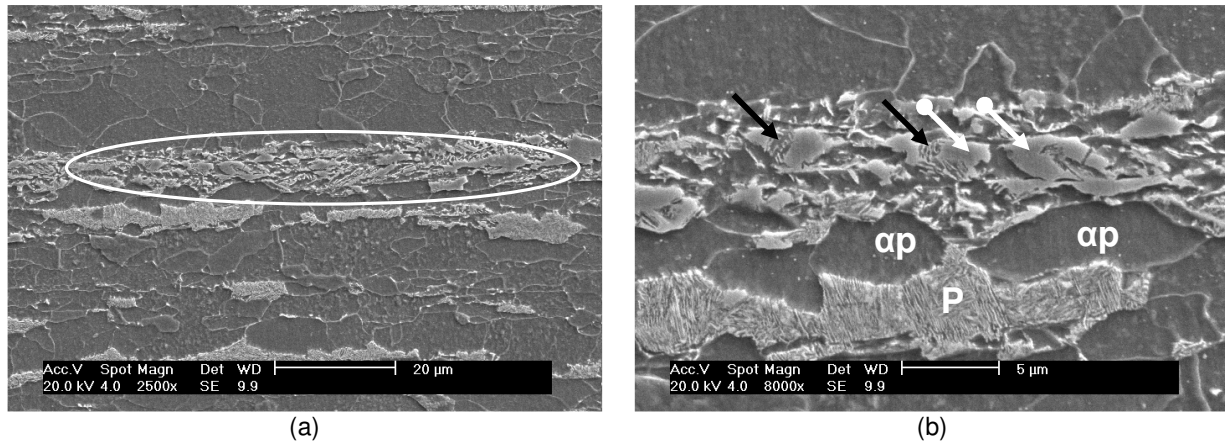
O espaçamento entre bandas na região das bordas é de 21  $\mu\text{m}$ , enquanto que na região central ele foi igual a 13  $\mu\text{m}$ .



**Figura 5.** Microestruturas obtidas por microscopia eletrônica de varredura. Ataque: Nital 3%. a) Microestrutura do aço API X65 da linha central de segregação. Ampliação 200X. b) microestrutura da região central do aço API X65. c) microestrutura da região da borda do aço API X65. Ampliação: 1.000X.

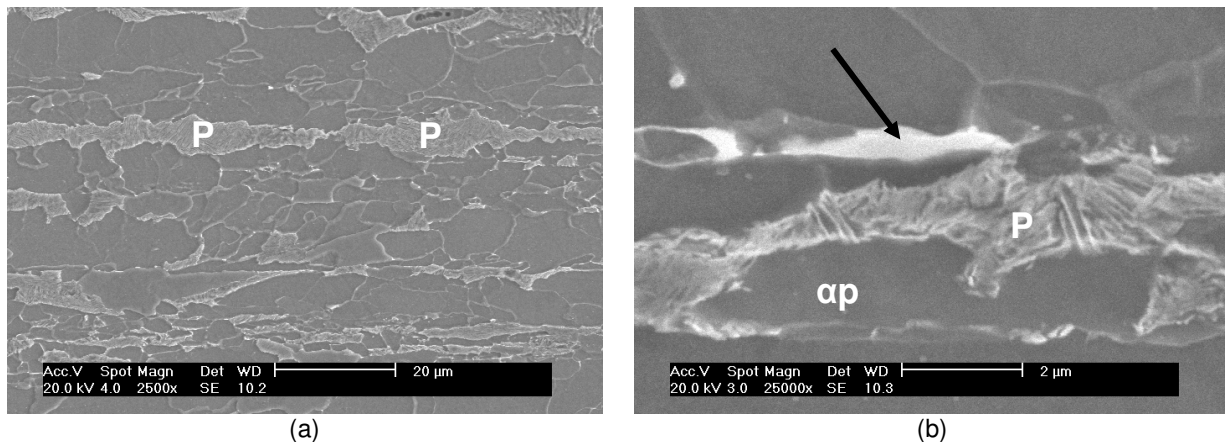
No centro da chapa (a 8 mm de distância da superfície da chapa), nota-se maior concentração de agregados eutetóides, envolvidos pela elipse na Figura 6a. A maior concentração de elementos químicos na região central da chapa pode estar relacionada com a formação mais intensa desses constituintes nesta região. Analisando-se novamente a mesma foto, percebe-se que nessa mesma região há formações de bandas com colônias de perlita e agregados eutetóides com aparência de bainita. A observação da região detalhada sob maior aumento, Figura 6b, permite constatar agregados eutetóides (possivelmente bainita), indicados pelas setas de cor branca e círculos, que coexistem com microconstituintes de morfologias diferentes; as setas de cor preta indicam uma destas fases, cujo interior apresenta bastonetes de cementita, os quais sugerem uma transformação incompleta em lamelas. Próximos a essas bandas de agregados eutetóides existem bandas de perlita (P)

grandes acompanhados de grãos grandes de ferrita poligonal ( $\alpha_p$ ). Na Figura 7a, próximo às colônias de perlita, observa-se a presença de microconstituente MA, o qual pode ser observado sob maior aumento na Figura 7b, indicado pela seta. Note-se que ele está localizado no contorno de grão de ferrita.

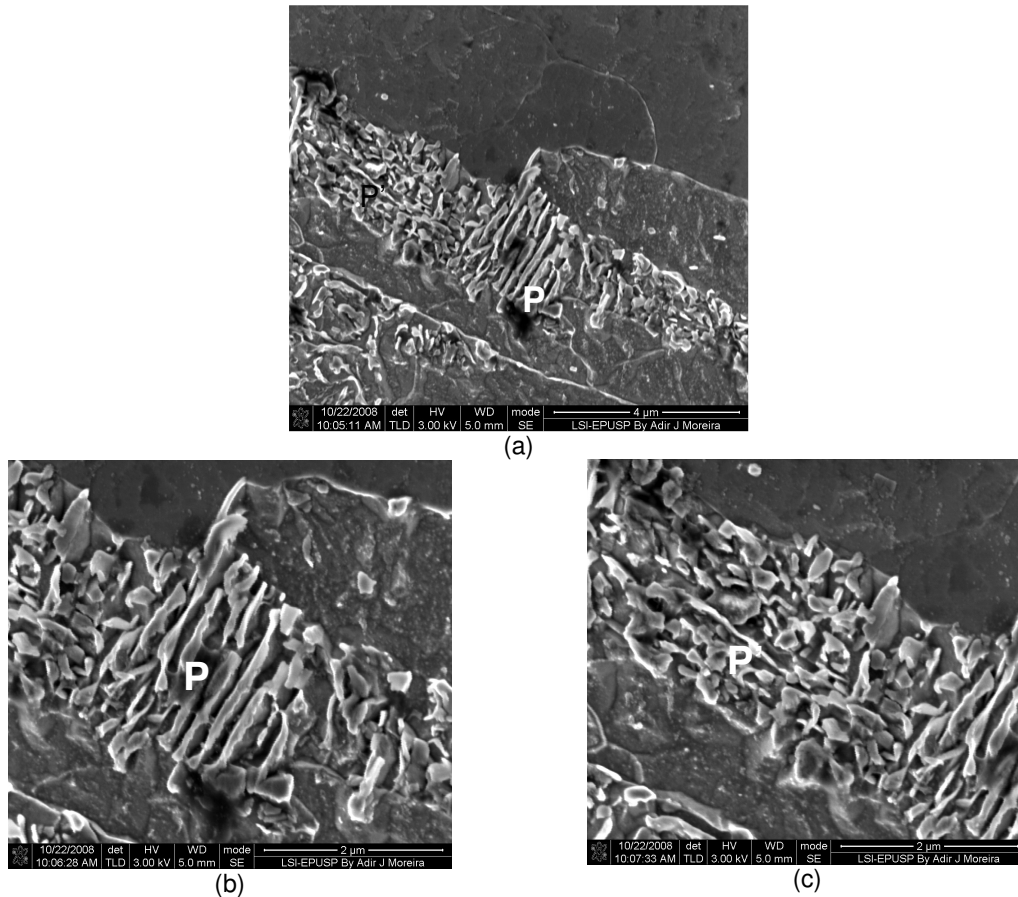


**Figura 6.** Caracterização microestrutural da região central da chapa. a) concentração de agregados eutetóides compactos envolvidos pela elipse. Ampliação 2500X. b) seta de cor preta indicando a formação de agregado eutetóide que tentou se transformar em perlita; seta com círculo indicando a presença de possíveis bainitas. Ampliação 8000X.

Na região central da chapa encontrou-se perlita convencional junto com perlita degenerada ( $P'$ )<sup>(3)</sup> originadas a partir de um mesmo grão austenítico, como mostra a Figura 8a. A Figura 8b mostra em detalhes as lamelas de cementita da estrutura perlítica; na Figura 8c, pode-se observar que a cementita na perlita degenerada forma-se de maneira descontínua, intercalando cementita com ferrita.

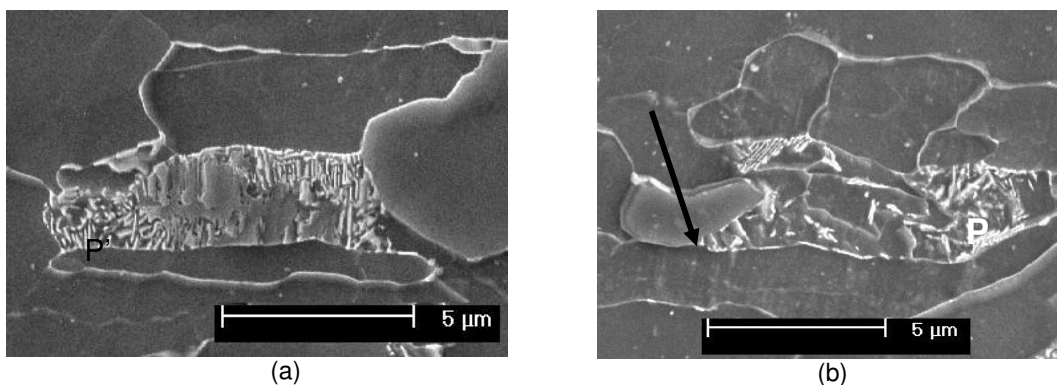


**Figura 7.** Micrografias do centro da chapa. a) Colônias de perlita grandes. b) Microconstituente MA indicado pela seta.



**Figura 8.** Amostra da região central da chapa obtidas por FEG. a) Agregado eutetóide composto por perlita e perlita degenerada. Ampliação 15000X, SE, spot size 4. b) perlita, ampliada 30000X, SE, spot size 4. c) perlita degenerada, ampliada 30000X, SE, spot size 4.

Durante a caracterização microestrutural da chapa observou-se perlita degenerada no centro (Figura 9a) e próximo a borda da chapa (Figura 9b). A Figura 9a, mostra que as lamelas de cementita são formadas nas regiões próximas ao contorno de grão. No seu centro formam-se placas de característica compacta, que podem ser resultado de subprodutos de transformação. Na Figura 9b a perlita degenerada encontra-se rodeada por ferrita; a seta indica a presença de um agregado eutetóide (possivelmente bainita).



**Figura 9.** Perlita degenerada MEV SE, aumento original 10kX. a) centro da chapa. b) próximo à borda da chapa; agregado eutetóide indicada pela seta.



## **4 DISCUSSÃO**

### **4.1 Perfil de Dureza da Chapa**

A região da face superior da chapa apresentou maior dureza uma vez que a taxa de resfriamento nesta região é maior do que o restante da chapa. O aumento da dureza pode ser resultado das mudanças na morfologia dos microconstituintes, como refinamento da matriz de ferrita e grãos alongados na direção de laminação. Ramirez et al.<sup>(4)</sup> constataram maior dureza na região das superfícies maiores em chapas grossas de aço microligado para tubos API 5L X80, cuja análise microestrutural revelou a presença de maior grau de refino nas regiões superficiais da chapa em relação em seu núcleo, que provavelmente é resultado de uma maior taxa de resfriamento.

Na região central da chapa observou-se dureza média de aproximadamente 200HV, resultado da menor taxa de resfriamento reinante nesta região, condição que leva a maiores tempos de transformação da austenita. A uma distância de 7 mm -8 mm a partir da superfície verificou-se que dureza aumentou para 203HV, que é exatamente onde se encontra a linha central de segregação. Medidas de dureza das fases presentes no centro da chapa mostram que os agregados presentes no centro possuem dureza equivalente aos agregados encontrados na borda da chapa, como mostram os dados presentes na Tabela 1.

Segundo Bhadeshia, a ferrita se forma primeiro nas regiões pobres em Mn, com isso, o carbono rejeitado se difunde para a austenita, que é “rica” em Mn, originando regiões de alta temperabilidade. Isso pode levar à formação de microconstituintes de alta dureza.<sup>(5)</sup>

Na região da superfície inferior a taxa de resfriamento é menor do o observado na superfície superior, originando microconstituintes com dureza intermediária.

### **4.2 Distância entre Bandas**

A distância entre as bandas de ferrita e de agregados eutetóides muda ao longo da espessura da chapa. Na região central a distância entre bandas é menor do que na nas regiões superficiais, conforme mostrado na Figura 5. A variação da distância entre bandas entre o centro e a superfície pode estar relacionada tanto a diferenças entre as distâncias entre braços de dendritas na estrutura bruta de solidificação ao longo da espessura do veio, como a diferentes níveis de deformação plástica ao longo da espessura do esboço durante a laminação. Por sua vez, as diferenças nas distâncias entre braços de dendritas podem ter relação com as diferenças de composição ou com diferenças nas taxas de resfriamento entre as regiões superficiais e o núcleo da chapa. A taxa de resfriamento na região das superfícies é maior do que no centro da chapa, fazendo com que elementos intersticiais, como o carbono, não consigam se difundir a longas distâncias. Por esse motivo a distância entre as bandas na região das superfícies é maior do que no centro da chapa.

### 4.3 Microestrutura

As microestruturas apresentadas na região central da chapa também foram observadas em amostras submetidas a ensaios dilatométricos aplicando-se condições de resfriamento contínuo. Ferrita poligonal e perlita foram observados sob taxas de 0,5 a 1 °C/s, enquanto que Perlita degenerada surgiu sob taxas de 1 a 10 °C/s. Agregados eutetóides (possivelmente bainita) foram observados sob taxas superiores a 5 °C/s.<sup>(6)</sup>

## 5 CONCLUSÃO

A partir da caracterização microestrutural efetuada ao longo da espessura da chapa permitiu constatar maior concentração de agregados eutetóides em seu núcleo em comparação com suas regiões superficiais. Contudo, as medições de dureza indicaram evolução inversa. Portanto, o refino de tamanho de grão verificado nas regiões superficiais da chapa possui um efeito maior sobre o efeito da dureza do que a concentração de agregados eutetóides na microestrutura.

A microestrutura observada no núcleo da chapa possui microconstituintes semelhantes aos obtidos em corpos de prova usados em ensaios de dilatométrica, os quais foram submetidos a diferentes taxas de resfriamento. Foi verificada a presença de perlita poligonal, perlita, perlita degenerada, bainita e microconstituente MA.

### Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio da CAPES e do CNPq, e da COSIPA pela doação das amostras.

### REFERÊNCIAS

- 1 ASM METALS HANDBOOK Volume 09 - Metallography and Microstructures, 1985;
- 2 SANTANA, P. C. Influência de tratamentos térmicos intercríticos na microestrutura e propriedades mecânicas do aço API 5L X65. 2006. 147p. Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006;
- 3 FURUHARA, T.; MORITANI, T.; SAKAMOTO, K.; MAKI, T. Substructure and crystallography of degenerate pearlite in an Fe-C binary alloy. Materials Science Forum, v. 539-543, p. 4832-4837, Switzerland, 2007;
- 4 RAMIREZ, M. G., GORNI, A. A.; LANDGRAF, F.; OGATA, P. H.; GOLDENSTEIN, H. Caracterização microestrutural de um aço API 5L-X80 através de microdureza e microscopia óptica e eletrônica. 62º Congresso Anual da ABM-Internacional, Vitória-ES, Brasil, 23 a 27 de julho de 2007;
- 5 BHADSHIA, H. K. D. H. Alternatives to the Ferrite-Perlite Microstructures. Materials Science Forum, Vols. 284-286, p. 39-50, 1998;
- 6 OGATA, P. H., RAMÍREZ, M. G., GOLDENSTEIN, H., GORNI, A. A., LANDGRAF, F. J. G. Caracterização microestrutural de aço API 5L X65, austenitizado e resfriado a diferentes taxas de resfriamento. 18º Cbecimat, Porto de Galinhas- PE, 24 a 28 de novembro de 2008;