

# CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE UM AÇO API 5L-X80 ATRAVÉS DE MICRODUREZA E MICROSCOPIA ÓTICA E ELETRÔNICA<sup>1</sup>

Mario González Ramírez<sup>2</sup>  
Antonio Augusto Gorni<sup>3</sup>  
Fernando Landgraf<sup>4</sup>  
Paulo Henrique Ogata<sup>5</sup>  
Helio Goldenstein<sup>6</sup>

## Resumo

A aceleração do desenvolvimento do mundo exige cada vez maior consumo de energia obtida do petróleo e do gás natural. Isto obriga a melhorar as propriedades dos materiais das tubulações dos oleodutos e gasodutos para incrementar o transporte dos recursos a menores custos e com maior confiabilidade. Para obter as condições exigidas pelo mercado das tubulações, é necessário ter maior conhecimento da microestrutura nos aços microligados classe API e compreender as transformações originadas durante o resfriamento; avançando assim à melhoria das propriedades mecânicas dos aços. Dentro deste contexto realiza-se um trabalho de caracterização microestrutural de o aço API X80 numa amostra de aço que atende as especificações da norma API 5L 2000<sup>[2]</sup>. O aço foi preparado metalograficamente, atacado com diferentes reagentes para revelar microconstituintes e fases presentes na microestrutura e examinado com técnicas de Microscopia Óptica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os resultados obtidos são interpretados a partir da evolução da decomposição da austenita durante a laminação controlada.

**Palavras-chave:** Aços microligados API X80; Microconstituente MA; Laminação controlada.

## MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION OF A API 5L-X80 STEEL BY MICROHARDNESS TEST AND OPTIC AND ELECTRONICS MICROSCOPY

### Abstract

The accelerated development of the world each day demands more energy from oil and natural gas. In order to attend those demands there is a continuing to improve the properties of pipe-lines and gas-lines materials so as to increase the transport of the resources with lower cost and bigger reliability. To satisfy the conditions imposed by the pipe-line market it is necessary to understand microalloyed steel API steels microstructures and the transformations occurring during the cooling process. This kind of studies allow to improve the mechanical properties of this steel. This work microstructurally characterize a sample of steel plate that complies with API 5L X80 specification (standard). The API X80 steel was metallographically polished, etched with different reagents to reveal the phases of the microstructure and observed with Optical Microscopy (OM) and Scanning Electronic Microscopy (SEM) techniques. The results are interpreted as a function of the austenite decomposition during Thermo Mechanical Controlled Rolling (TMCR).

**Key words:** API X80 microalloyed steels; MA microconstituent; Controlled rolling.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheiro Mecânico, Estudante de Mestrado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade de São Paulo USP.

<sup>3</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>4</sup> Professor do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade de São Paulo USP. Engenheiro Metalurgista, M. Eng., D. Eng.

<sup>5</sup> Tecnólogo em Materiais. Estudante de Mestrado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade de São Paulo USP.

<sup>6</sup> Professor do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Universidade de São Paulo USP. Engenheiro Metalurgista, M. Eng., D. Eng.

## INTRODUÇÃO

A necessidade de aços para transporte de fluidos como petróleo e gás, estruturas e navios esta gerando um rápido desenvolvimento em aços microligados. Hoje, os dutos transportam novos gases de alta acidez em exigentes condições ambientais e condições de uso, como temperatura, pressão, acidez, atrito, soldabilidade, instalação e manutenção. As condições do mercado obrigam a projetar aços para altas resistências com boa tenacidade a baixas temperaturas e melhor soldabilidade.

Nos anos 70, segundo Batista et al.,<sup>[1]</sup> foi introduzido o processo de laminação termomecânica controlada TMCR que eliminou o tratamento térmico de normalização no final da laminação iniciando uma grande era nos aços API 5L. Isto fez que nos anos 80 o aço API X70 fosse o mais indicado para a construção de dutos. Devido à introdução da laminação a quente por resfriamento controlado, os aços passaram a possuir maior resistência mecânica, tenacidade e soldabilidade. Essas propriedades mecânicas foram adquiridas devido a inclusão de elementos de micro liga e a diminuição do carbono equivalente no aço associados ao processo TMRC.

Neste trabalho estudou-se a microestrutura de um aço microligado que atende as especificações API X80, fabricados segundo a norma da American Petroleum Institute API 5L 2000 também conhecidos como Aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL), com o objetivo de compreender as fases, microconstituintes e precipitados originados durante a decomposição da austenita na laminação controlada.

## MATERIAIS E MÉTODOS

No estudo foi utilizado o aço microligado API 5L X80 com baixo carbono e contendo Nb –Ti – V, laminado em chapa com tratamento termo mecânico TMCR com medidas de 1500mm X 500mm X 19 mm. O aço foi doado pela USIMINAS.

Da chapa foram extraídas amostras longitudinais na direção da laminação, representativas do lado interno da chapa. A microestrutura foi avaliada utilizando as técnicas de MO e MEV por meio de um microscópio OLYMPUS BX60M, com câmara Altra 20 e software de sistemas de imagem Analysis GETIT e um microscópio Philips LX30 respectivamente. As amostras foram lixadas, polidas e atacadas com reagente nital 3% e picral.

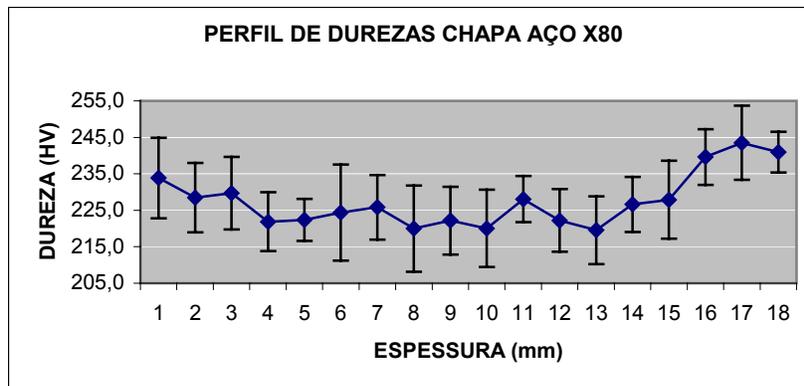
A chapa foi estudada de superfície a superfície passando pelo centro da chapa e as microestruturas foram analisadas e comparadas. Na espessura da chapa foi obtido um perfil de microdureza HV, utilizando uma carga de 300g nas duas amostras com distância de 1mm entre as endentações.

## RESULTADOS

Um perfil de microdureza HV com carga de 300g feito através da espessura da chapa, apresentou maior dureza numa das superfícies da chapa, Figura 1. Na Tabela 1 apresenta se os resultados de nove séries de perfis de microdureza, cada uma com 18 endentações para uma espessura total da chapa de 19,1mm. A média do perfil de microdureza é de 227,6 HV.

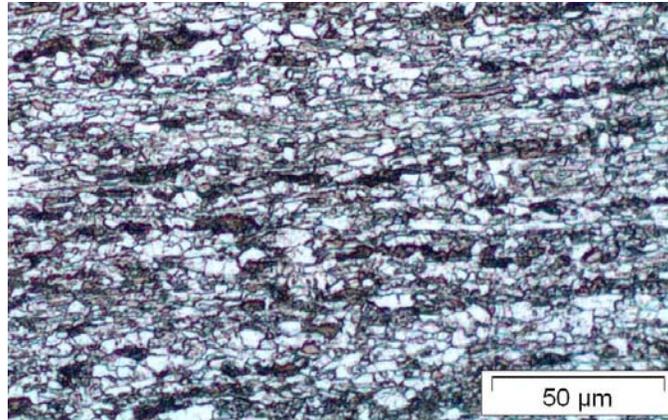
**Tabela 1.** Microdureza medidas ao longo da espessura da chapa no sentido longitudinal de laminação.

		PERFILES DE DUREZA									MÉDIA	DESV
		A	B	C	D	E	F	G	H	I		
<b>ESPESSURA</b>	1	230	240	240	234	251	236	234	210	230	234	11,0
	2	206	225	233	230	237	227	227	237	234	228	9,5
	3	242	227	247	230	225	228	212	230	227	230	10,0
	4	210	232	234	219	224	213	216	226	223	222	8,1
	5	223	226	216	230	231	217	217	224	218	222	5,7
	6	243	228	237	232	230	223	210	202	215	224	13,2
	7	223	219	224	232	247	219	223	223	223	226	8,8
	8	224	232	215	235	229	227	208	204	206	220	11,8
	9	212	219	240	228	230	213	217	226	215	222	9,3
	10	224	214	224	231	236	218	220	200	213	220	10,6
	11	239	232	231	224	226	224	220	235	223	228	6,3
	12	228	216	236	221	220	214	233	210	222	222	8,6
	13	237	221	227	217	216	208	214	227	209	220	9,3
	14	228	243	223	225	229	215	223	226	227	227	7,6
	15	244	232	236	212	238	225	228	222	215	228	10,7
	16	253	244	238	233	240	239	238	246	226	240	7,6
	17	264	243	240	255	242	235	239	242	231	244	10,2
	18	251	243	245	238	238	246	238	235	234	241	5,6
Média do aço										<b>228</b>		

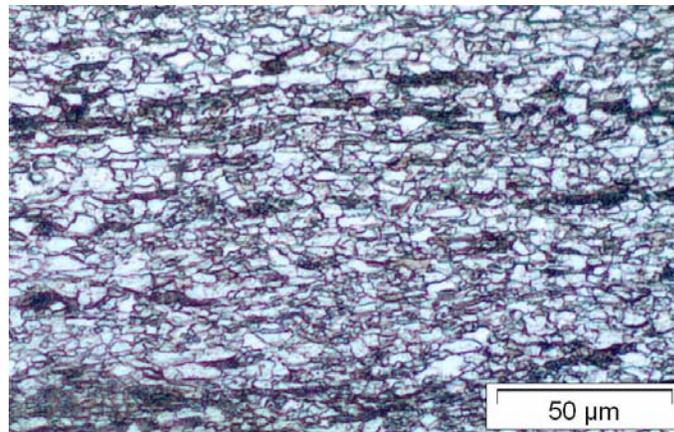


**Figura 1.** Perfil de durezas em função da distância da espessura da chapa.

Conforme aos dados apresentados na Tabela 1, temos uma média do perfil de microdureza de 227,6 HV com desvio máximo de 13,2 que representa 5,9% da dureza média. Na Figura 1 observa-se que o perfil de durezas flutua ao longo da distância da espessura. As durezas dos pontos 16, 17 e 18 perto da superfície são superiores á média de durezas (227,6 HV). Na figura 2 compara-se a estrutura das duas superfícies do aço onde foi medido o perfil de dureza, para 1mm e 18mm de espessura respectivamente.



(a) Microestrutura da superfície a 18mm de espessura da chapa. 200X. Reagente Nital 3%.



(b) Microestrutura da superfície a 1mm de espessura. 200X. Reagente Nital 3%.

**Figura 2.** Comparação das microestruturas das superfícies por MO. (a) Mostra maior grão refinado que os grãos de (b)

## Estudo da Superfície ao Centro da Chapa por MO

### Superfície

As microestruturas nas Figuras 3(a) e 3(b) foram obtidas de amostras no sentido longitudinal à superfície da chapa. Na figura 3(a) no centro direito, vemos uma colônia em forma de banda de ferrita poligonal  $\alpha_p$ , grão de cor branco (segundo a classificação de Krauss et al.).<sup>[3]</sup> A grão de austenita recristaliza de forma incompleta apresentando grão de ferrita quase poligonal  $\alpha_q$  e tamanho de grão heterogêneo.

Com maiores aumentos (500X) Figura 3(b), observamos bandas de colônias de agregados eutetóides de ferrita, cementita e austenita retida com tamanho heterogêneo e polimórfico (grão de cor cinza claro). Estes agregados nuclearam a partir de um grão maior de austenita alongado (panqueca) que recristalizou de forma incompleta durante o resfriamento. Os agregados eutetóides ficam orientados no sentido da laminação, assim como alguns grãos de ferrita de tamanho heterogêneo, grãos de cor branca. Verifica-se ao lado dos grãos ferríticos poligonais, a presença de grãos finos e alongados de ferrita, que podem ser consequência de laminação dentro da zona crítica, portanto deformados pela laminação após já formados. Observamos na figura 3(b) a

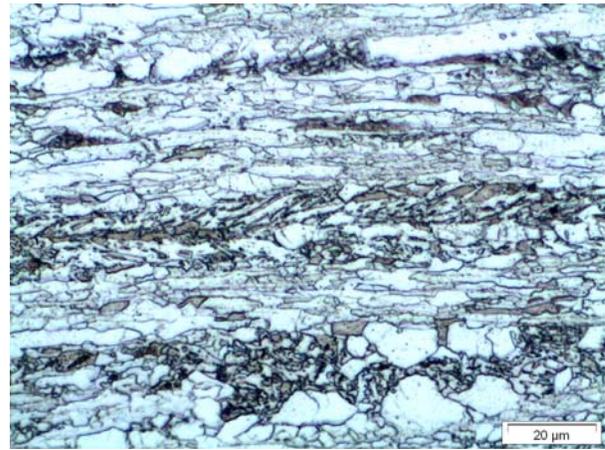
presença de pequenas áreas de micro-constituintes de martensita e austenita MA localizados em colônias, sempre perto da bainita.

### Centro da chapa

Para o centro da chapa (Figura 4(a) e 4(b)) a microestrutura apresenta um grão com maior recristalização. Com pouco aumento (Figura 4(a)), nota-se  $\alpha_p$  em bandas de tamanho homogêneo, separados por bandas de bainita acompanhada de micro-constituente MA sempre alinhadas no sentido da laminação. Com maiores aumentos (Figura 4(b)), observa-se  $\alpha_p$ , menor quantidade de  $\alpha_q$  respeito á superfície e colônias de bainita granular junto com MA.



(a) Micrografias da superfície da chapa. Bandas de  $\alpha_p$  no centro direito. 200X.

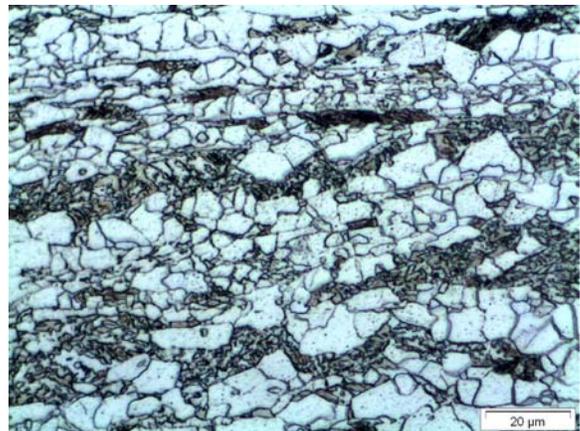


(b) Micrografias da superfície da chapa. Bandas de colônias de agregados eutetóides de ferrita, cementita e austenita retida 500X

**Figura 3.** Micrografias da superfície da chapa. Nital 3%



(a) Micrografia Centro da chapa. Nota-se  $\alpha_p$  em bandas de tamanho homogêneo, separados por bandas de bainita. 200X

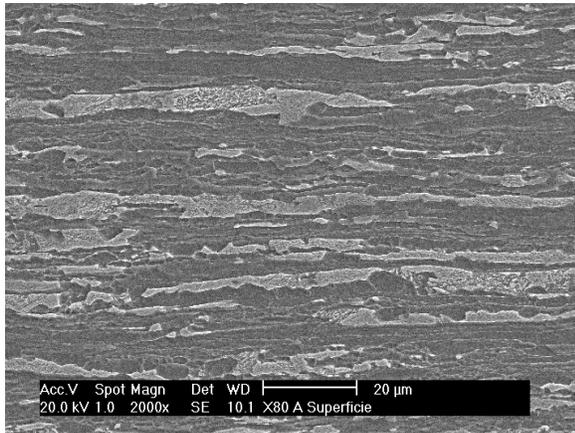


(b) Micrografia Centro da chapa. observa-se  $\alpha_p$ , menor quantidade de  $\alpha_q$  respeito á superfície e colônias de bainita granular junto com MA 500X

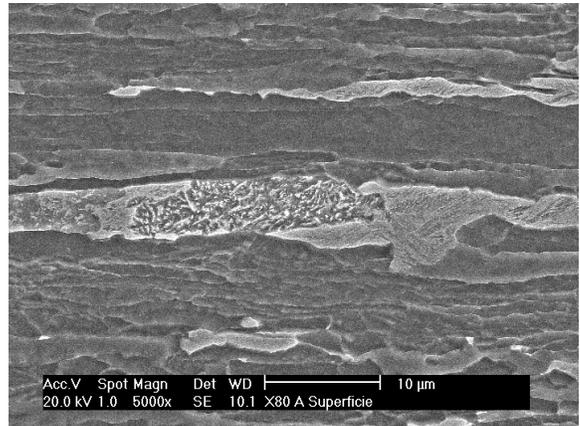
**Figura 4.** Micrografias do centro da chapa. Nital 3%

## Estudo da Superfície Centro da Chapa por MEV

Analisando a região próxima à superfície da chapa por MEV, (Figuras 5(a) e 5(b)), observa-se com maior detalhe grãos cinza escuros de ferrita alongados (provavelmente devidos à laminação dentro da zona crítica), agregados eutetóides de ferrita + cementita e austenita retida, representados por grãos de cor cinza claros, brancos e pretos. Na Figura 5(b) com aumentos de 5000X, observa-se com mais clareza os produtos mais complexos da decomposição da austenita.



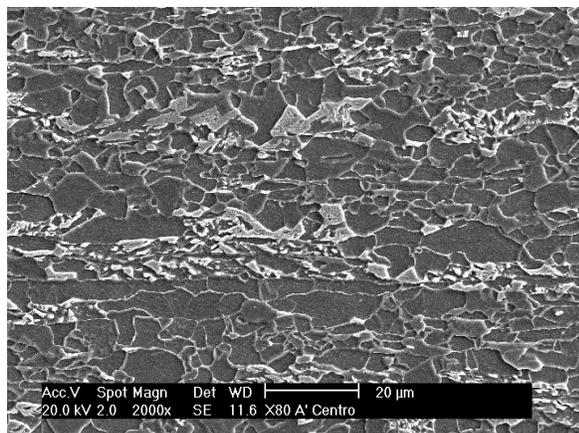
(a) Superfície da chapa. 2000X.



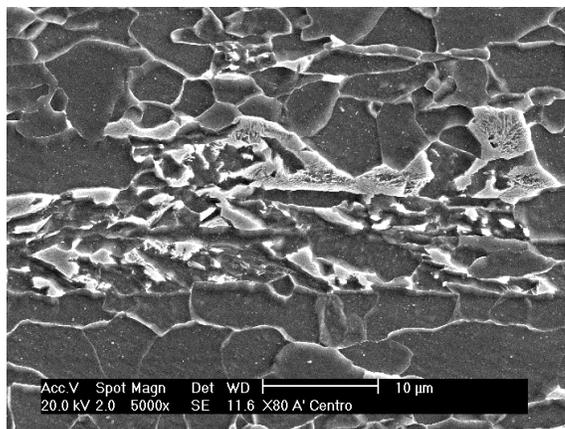
(b) Superfície da chapa. 5000X

**Figura 5.** Microestrutura da superfície da chapa do aço API X80 obtidas por MEV. (a) Grãos alongados de ferrita, agregados de eutetóides de ferrita + cementita e austenita retida. (b) Grão original de austenita que transformo em agregados de eutetóides. Reagente Nital 3%.

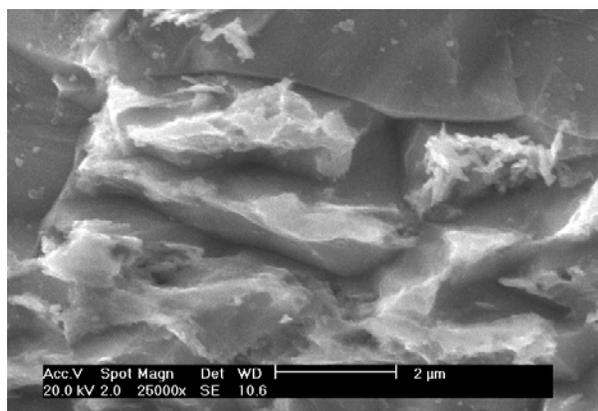
As Figuras 6(a) e 6(b) apresentam microestruturas por MEV do aço no centro da chapa. Na Figura 6(a) temos grãos de  $\alpha_p$ , grãos  $\alpha_q$  e ferrita granular com tamanho heterogêneo; não se observa nesta região grãos alongados de ferrita, como na superfície. No centro da imagem, observam-se colônias de agregados eutetóides em forma de bandas acompanhadas de microconstituente MA, originadas de grãos de austenita deformada na direção da laminação. No centro da Figura 6(b) com aumento de 5000X, observamos com detalhes uma banda formada por regiões contendo um agregado de ferrita e carbonetos (bainita ou perlita fina), ferrita, bainita e regiões de MA. As Figuras 6(c) e 6(d) mostram detalhes do microconstituente MA com aumentos de 25000X e 65000X respectivamente. A quantidade de MA depende diretamente do carbono equivalente na liga.<sup>[1]</sup>



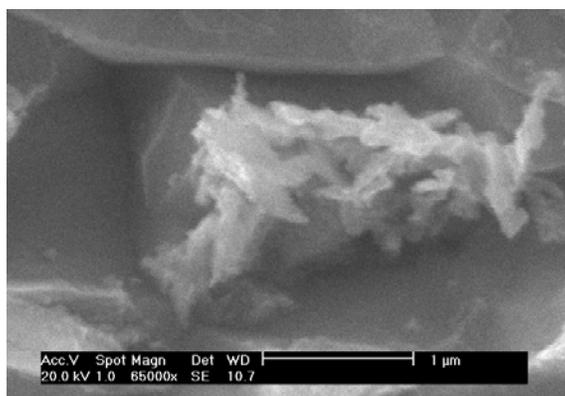
(a) 2000X



(b) 5000X



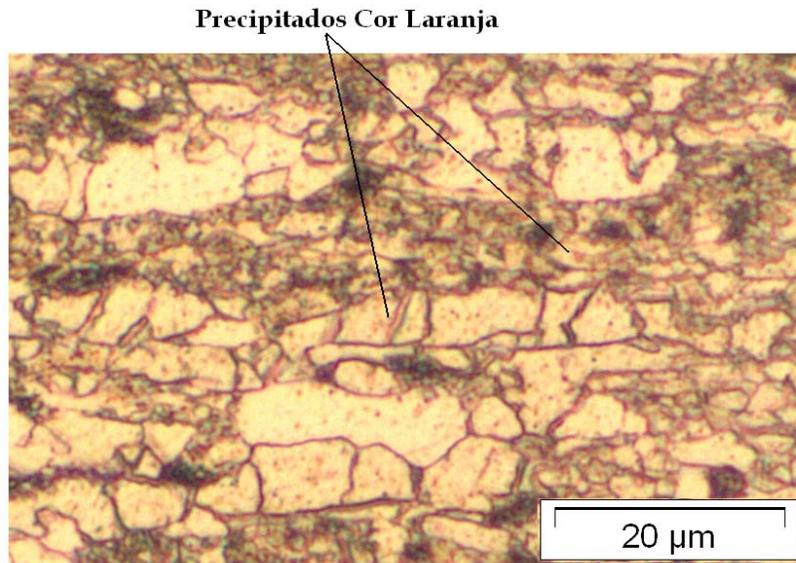
(c) 25000X



(d) 65000X

**Figura 6.** Microestruturas no centro da chapa do aço X80 obtidas por MEV. (a)  $\alpha_p$ ,  $\alpha_q$  e  $\alpha$  granular. 2000X. (b) Banda formada por regiões de ferrita e carbonetos (bainita ou perlita fina) e regiões de MA 5000X. (c) Microconstituente MA, 25000X (d) Microconstituente MA, 65000X. Reagente Picral.

Micrografias por MO mostraram ainda pequenos precipitados cor laranja, situados preferencialmente no contorno de alguns grãos de ferrita poligonal, Figura 7; também se localizam em menor quantidade nas colônias de bainita e micro constituente MA.



**Figura 7.** Precipitados Cor laranja no contorno de grãos de ferrita poligonal e misturados com bainita e MA. 500X. Reagente Nital 3%.

## DISCUSSÃO

O MA é localizado preferencialmente dentro das colônias de bainita e em contornos de grão de ferrita. Isto acontece porque na formação de ferrita e bainita ocorre partição de carbono para a austenita ainda não transformada, algumas regiões de austenita enriquecida em carbono não se transformam em bainita e no resfriamento acabam por transformar-se em martensita e austenita retida.<sup>[3]</sup> Por esta razão, o microconstituente MA fica sempre associado a bainita.

Uma das superfícies da chapa apresentou dureza ligeiramente maior do que a outra, como se pode ver no perfil de durezas apresentado na figura 1. A figura 2(a) mostra micrografia para uma espessura de 18 mm com grãos de ferrita de menor tamanho comparados com os grãos a 1mm de espessura expostos na figura 2(b). Este refinamento de grão é devido provavelmente a uma maior taxa de resfriamento desta superfície da chapa originando uma queda de temperatura que não deixa rearranjar a estrutura. Possivelmente o aço também experimenta uma laminação na faixa intercrítica (abaixo de  $A_{r3}$ ) onde a ferrita encrua progressivamente sem restauração significativa posterior, incrementando o limite de escoamento e a resistência mecânica do material.<sup>[4]</sup>

Algumas regiões da superfície da chapa (Figura 5(a) e 5(b)), mostram grãos de ferrita de maior tamanho alongadas em forma panqueca. Os grandes tamanhos de ferrita são provavelmente resultado de um mecanismo de migração de contorno de grão<sup>[5]</sup> induzido pelo encruamento. Numa segunda etapa a austenita ainda não transformada, enriquecida em carbono rejeitado pela ferrita, se decompõe formando grãos de bainita alongados de cor cinza claro. Numa última etapa surge o microconstituente MA, de cores branco e cinza na imagem por MEV (Figuras 5 e 6).

Comparando a Figura 3(b) da superfície da chapa e a Figura 4(b) do centro da chapa, percebe-se que nesta última os grãos de ferrita são mais equiaxiais e menos alongados que na superfície, indicando que a temperatura de laminação foi maior que na

superfície. Os crescimentos da ferrita poligonais são controlados pela difusão de Mn na austenita; o Mn prolonga a incubação de esta fase.<sup>[6]</sup> O centro da chapa apresenta microestruturas de  $\alpha_p$ ,  $\alpha_q$  e ferrita granular refinada com tamanho heterogêneo, colônias de bainita alotromórfica em forma de banda acompanhadas de MA, originadas de grãos de austenita deformada na direção da laminação (Figura 6(a) e 6(b)). Obtém-se possivelmente austenita de cor branca rodeada de martensita que foi sobre atacada com picral (Figura 6(c) e 6(d)).

Os carbonetos, nitretos e carbonitretos de nióbio e titânio normalmente são difíceis de visualizar por MO por seu pequeno tamanho. Os precipitados cor laranja observados na Figura 7, podem ser um efeito causado pela corrosão, originada possivelmente pelos carbonetos e nitretos de Nb e Ti uma vez que são visíveis com aumentos de 500X.

## **CONCLUSÕES**

A maior dureza apresentada em uma das superfícies da chapa está relacionada a um refinamento do grão e pode ser originada por uma diferença na taxa de resfriamento das superfícies da chapa.

O microconstituente MA normalmente fica junto a bainita e precipita a partir de austenita enriquecida em carbono rejeitado pela ferrita formada inicialmente.

Algumas regiões, perto da superfície figura 5b, mostram grãos de ferrita pró-eutetóides alongadas de maior tamanho originados pelo mecanismo de migração de contorno de grão induzido pelo encruamento.<sup>[5]</sup>

O incremento da dureza num lado da superfície da chapa é devido a um maior refinamento do grão.

A chapa apresenta microestruturas de  $\alpha_p$ ,  $\alpha_q$ , ferrita granular refinada com tamanho heterogêneo e ferrita alongada na forma de grãos “panqueca” além de colônias de bainita alotromórfica em forma de banda acompanhadas de ilhas MA, originadas de grãos de austenita deformada na direção da laminação.

## **Agradecimentos**

Os autores agradecem a USIMINAS pelo material aço API X80 e ao suporte financeiro da CAPES. H. Goldenstein e F. Landgraf agradecem o apoio da CNPq; A. A. Gorni agradece o apoio da COSIPA.

## REFERÊNCIAS

- 1 BATISTA, G. Z. ; SOUZA, L. F. G. ; BOTT, I. S. ; RIOS, P. R. . Estudo da Correlação Microestrutura Propriedades Mecânicas de Aço da Classe API X80.. In: **58° Congresso da ABM**, 2003, Rio de Janeiro. Anais do 58° Congresso da ABM. São Paulo : ABM, 2003. v. único. p. 2957-2965.
- 2 API AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **Specification for Pipe Line**, API Specification 5L, Forty second edition. July 2000.
- 3 KRAUSS, G.; THOMPSON, S.W. Ferritic microstructures in continuously cooled low and ultra-low carbon steels. **ISIJ International**, v. 35, n. 8, p.937-945, 1995.
- 4 GORNI, A.A; FREITAS, F.V.; SOUZA, J.S.; SILVEIRA, J.H.D.; CAVALCANTI, C.G. Efeito da temperatura de acabamento na Microestrutura e Propriedades Mecânicas de Chapas Grossas de Aço Microligado. **59° Congresso da ABM**, 2004.
- 5 EPUSP – IPEN – IPT. **Textura e Relações de Orientação**: deformação plástica, recristalização, crescimento de grão. Pág. 57-58. 2003.
- 6 ZHAO, M.C.; YANG, K.; XIAO, F.R.; SHAN, Y.Y. Continuous Cooling Transformation of Undeformed and deformed low Carbon Pipelines Steels. **Materials Science and Engineering**, A355 2003. p. 126-136.