

CAUSAS MICROESTRUTURAIS DAS DELAMINAÇÕES EM TESTES DE TENACIDADE À FRATURA DE AÇOS DH36

Renato Alonso Barboza Acevedo

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, COPPE, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Rio de Janeiro Março de 2013

CAUSAS MICROESTRUTURAIS DAS DELAMINAÇÕES EM TESTES DE TENACIDADE À FRATURA DE AÇOS DH36

Renato Alonso Barboza Acevedo

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO CORPO DOCENTE DO INSTITUTO ALBERTO LUIZ COIMBRA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA DE ENGENHARIA (COPPE) DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE EM CIÊNCIAS EM ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS.

Examinada por:

Prof. Enrique Mariano Castrodeza, D.Sc.

Prof. Fernando Luiz Bastian, Ph.D.

Prof. Sergio Souto Maior Tavares, D.Sc.

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL MARÇO DE 2013 Acevedo, Renato Alonso Barboza

Causas microestruturais das delaminações em testes de tenacidade à fratura de aços DH36/ Renato Alonso Barboza Acevedo. – Rio de Janeiro: UFRJ/COPPE, 2013.

XVI, 116 p.: il.; 29,7 cm.

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Dissertação (mestrado) – UFRJ/ COPPE/ Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 2013.

Referencias Bibliográficas: p. 111-116.

 Delaminação.
Textura cristalográfica.
Mecânica da fratura.
Castrodeza, Enrique Mariano.
Universidade Federal do Rio de Janeiro, COPPE, Programa de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.
III. Título.

Agradecimentos

Os meus sinceros agradecimentos ao PEMM/COPPE/UFRJ pela possibilidade de desenvolver o trabalho nas suas dependências e ao meu orientador, Prof. D.Sc. Enrique Castrodeza, pelos ensinamentos, direcionamentos e comentários a respeito a todas as atividades realizadas.

Á CAPES pela bolsa de estudo nestes últimos dois anos, à Usiminas pelo fornecimento do material de trabalho e ao IME pelas análises.

Aos meus pais, Patricio e Alejandra, pelos ensinamentos constantes e a vontade de crescer como ser humano.

Gostaria de agradecer à minha namorada, Consuelo, pelo amor e a paciência pelas muitas horas que deixei de lhe dedicar a devida atenção para dedicar-me ao mestrado.

Resumo da Dissertação apresentada à COPPE/UFRJ como parte dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Mestre em Ciências (M.Sc.)

CAUSAS MICROESTRUTURAIS DAS DELAMINAÇÕES EM TESTES DE TENACIDADE À FRATURA DE AÇOS DH36

Renato Alonso Barboza Acevedo

Março/2013

Orientador: Enrique Mariano Castrodeza

Programa: Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Este trabalho investiga as principais causas que promovem a ocorrência de delaminações durante testes de tenacidade à fratura em baixa temperatura em chapas de aços ARBL do tipo DH36 para a indústria naval e offshore de 14 e 25 mm de espessura. A presença de delaminações durante os testes provoca instabilidades nos registros que penalizam a tenacidade do material, de acordo com o tratamento sugerido pelas normas de fratura. Os aços em estudo, obtidos por duas diferentes rotas de processamento: laminação convencional seguida de normalização e laminação controlada seguida de resfriamento acelerado, apresentam microestrutura ferrítica com segunda fase (perlita ou bainita, dependendo do tipo de aço) alinhada no sentido da laminação, enquanto as inclusões presentes correspondem a óxidos globulares de tamanho pequeno (menores a 10 µm) distribuídas uniformemente. As chapas apresentam uma linha de segregação central formada durante a etapa de lingotamento contínuo. Os resultados experimentais sugerem que as causas das delaminações estão relacionadas com diversos fatores microestruturais, sendo a formação de textura cristalográfica preferencial <110>{001} durante o processo de laminação o fator mais importante, uma vez que promove o crescimento de trincas através dos planos de clivagem da ferrita.

Abstract of Dissertation presented to COPPE/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science (M.Sc.)

MICROSTRUCTURAL CAUSES OF DELAMINATION DURING FRACTURE TOUGHNESS TEST OF DH36 STEELS

Renato Alonso Barboza Acevedo

March/2013

Advisor: Enrique Mariano Castrodeza

Department: Metallurgical and Materials Engineering

This work investigates the main causes of delamination (splitting) during fracture toughness tests at low temperature of thick plates (14 and 25 mm in thickness) of HSLA DH36 shipbuilding steels obtained by two different processing routes: (i) conventional rolling and normalizing and (ii) thermo-mechanical control process. The presence of delaminations that cause instabilities in the test records greatly affect the fracture toughness of the material when normalized methodologies are used for toughness evaluation. The microstructure of the studied steels consists in ferrite and banded transformation products (depending on the type of processing, perlite or bainite) whereas inclusions are small globular oxides randomly distributed (less than 10 μ m in diameter). The rolled plates show a central segregation line formed during the continuous casting process. Experimental results show that splitting during fracture tests is caused by some microstructural factors, being formation of <110>{001} crystallographic texture during the rolling process the most important, since this texture promotes splitting through ferrite cleavage planes.

Sumário

1.	Intro	odução	. 1
1	.1.	A indústria naval brasileira	1
1	.2.	Aços para uso naval produzidos pela Usiminas	4
1	.3.	Objetivos	6
2.	Revi	isão bibliográfica	. 8
2	.1.	Fundamentos da Mecânica da Fratura	8
	2.1.1	O fator de intensidade de tensões (K)	10
	2.1.2	2 Estimativas do tamanho da zona plástica 1	13
	2.1.3	O CTOD (Crack Tip Opening Displacement)	4
	2.1.4	4 Pop-in 1	9
	2.1.5	5 O fenômeno de delaminação (split-out)2	20
	2.1.6	5 Efeitos dos splits na tenacidade dos aços estudados2	26
2	.2.	Aços ARBL	7
	2.2.1	1. Mecanismos de endurecimento	30
2	.3	Laminação controlada em aços ARBL 3	4
	2.3.2	2 Deformação na região de recristalização	37
	2.3.3	B Deformação na região de não-recristalização	38
	2.3.4	4 Deformação na região bifásica	39
	2.3.5	5 Resfriamento acelerado	10
2	.4	Textura cristalográfica4	6
3.	Mate	eriais e método experimental6	50
3	.1	Materiais 6	0
3	.2	Procedimento experimental	1
	3.2.1	Testes de CTOD6	51
	3.2.2	2 Avaliação do conteúdo de inclusões	53
	3.2.3	δ Medição do tamanho de grão ϵ	53
	3.2.4	4 Medidas da microdureza	54
	3.2.5	5 Análise microestrutural	54
	3.2.6	δ Análise da textura cristalográficaθ	54

4.1 Testes de CTOD	67
4.1.1 CTOD de aços CLC14 e LCN14 (-20°C e -40°C)	67
4.1.2 CTOD de aços CLC25 e LCN25 (-20°C e -40°C)	70
4.2 Avaliação do conteúdo de inclusões	72
4.2.1 Distribuição do tamanho das inclusões e fração de área	72
4.2.2 Medição qualitativa da composição química das inclusões	74
4.3 Tamanho de grão da ferrita	78
4.4 Microdureza	79
4.5 Caracterização microestrutural	
4.5.1 Segregação central das chapas	
4.5.2 Microestrutura do aço CLC14	
4.5.3 Microestrutura do aço CLC25	
4.5.4 Microestrutura do aço LCN 14	
4.5.5 Microestrutura do aço LCN25	90
4.6 Resultados de textura cristalográfica	
4.6.1 Figuras de polo	92
4.6.2 Resultados de textura dos aços por resfriamento acelerado	92
4.6.3 Resultados de textura dos aços por normalização	96
4.6.4 Formação da textura de cubo rodado {100}<110> no aço CLC14	99
4.7 Análise dos splits	101
5. Conclusões	109
6. Referências	111

Lista de figuras

Figura 1 - Estaleiros brasileiros em 20101
Figura 2 - Estaleiro Atlântico Sul, o maior estaleiro da América Latina com capacidade de
processamento de 160 mil toneladas de aço por ano3
Figura 3 - Anel do bloco de aço estrutural para construção do navio
Figura 4 - Ilustração do fluxo de laminação de chapas grossas pelo processo TMCP, na
siderúrgica Usiminas
Figura 5 – Modelo de Griffith, chapa fina (estado plano de tensões) carregada em tração
contendo uma trinca vazante
Figura 6 – Os três modos básicos de propagação da trinca11
Figura 7 – Nomenclatura das tensões na região vizinha à ponta da trinca12
Figura 8 – Variação da tensão com r nas proximidades da trinca de um material que
apresenta deformação plástica na ponta13
Figura 9 - Modelo de Dudgale15
Figura 10 - Modelo da dobradiça plástica para a estimativa de CTOD a partir de um corpo
de prova de flexão em três pontos16
Figura 11 - Comportamentos típicos dos registros CTOD apresentados nos registros carga
versus CMOD
Figura 12 - Superfície de fratura apresentando delaminações (splits)
Figura 13 - Esquema mostrando a direção de propagação do split na superfície de fratura
de um corpo de prova
Figura 14 - Registros P-CMOD com entalhes nas direções Y-X, Y-Z e Z-X (o registro
vermelho está deslocado à direita com fins ilustrativos)
Figura 15 - Orientação de entalhe utilizado no exemplo acima dos testes de CTOD de um
aço API X65. X é o eixo longitudinal do tubo e Z é a espessura da parede do tubo24
Figura 16 - Superfícies de fratura em Charpy. Delaminação e sua relação com a
temperatura final de laminação e temperatura de teste
Figura 17 - Relação dos splits com a orientação do entalhe em testes Charpy. (1) paralelo,
(2) perpendicular, (3) 45° no que diz à superfície da chapa
Figura 18 – Esquerda: Micrografia MEV do aço ao carbono, matriz ferrítica, FeC ₃ nos L.G
e perlita (650X). Direita: aço ARBL com fina matriz ferrítica, FeC ₃ e ilhas de perlita
1250X

Figura 19 – Micrografia MEV de um aço dupla fase, com uma fina matriz de ferrita e uma
distribuição em torno a 20% em volume de martensita
Figura 20 – Curvas tensão-deformação esquemáticas para aços ARBL (SAE 950X e 980X)
dupla fase (GM 980X) e aços carbono
Figura 21 – Relação entre resistência e ductilidade, comparando aços ARBL, aços carbono
e aços dupla fase
Figura 22 – Efeitos dos mecanismos de endurecimento para um aço ARBL típico
(resistência à tração de 650 MPa)
Figura 23. Esquema que mostra as três etapas do processo de laminação controlada, e a
mudança da microestrutura em cada etapa
Figura 24. Esquema que representa os processos durante a laminação controlada de aços C-
Mn-Nb, segundo
Figura 25. Diagrama dos tipos de transformação austenita – ferrita, para aços laminados a
quente
Figura 26 – Variação da intensidade (200), propriedades em tração e tenacidade Charpy,
com a quantidade de redução na região bifásica
Figura 27 – Diagrama CCT de um aço V-N, em que são sobrepostos distintos perfis de
resfriamentos
Figura 28 – Diagrama CCT do aço ARBL de baixo carbono, estudado em
Figura 29 – Micrografia do aço ARBL resfriado: Esquerda, a alta velocidade (37,5 °C/s).
Direita, baixa velocidade (0,7 °C/s)
Figura 30 – Correlação entre limite de escoamento e temperatura de transição para um aço
Mn-Nb-Ti, processado por TMCP
Figura 31 – Curva de resfriamento do processo TMCP utilizado pela Usiminas
Figura 32 - Módulo de elasticidade para um monocristal de Fe em função da direção do
cristal
Figura 33 - Construção de uma projeção estereográfica
Figura 34 - Configurações geométricas dos goniômetros de textura. (a) Geometria de
transmissão e (b) geometria de reflexão
Figura 35 - Figura de polo direta (200) de um aço 0,06%C, 2,5%Mn
Figura 36 - Figura de polo inversa de Ti processado por extrusão
Figura 37 - Ângulos de Euler com notação de Bunge (ϕ_1 , Φ , ϕ_2), descrevendo a rotação
entre os eixos do cristal e os eixos da amostra para o caso de uma chapa laminada

Figura 38 - Representação de uma microestrutura de grãos i com volume V com diferentes
orientações51
Figura 39 - Representação bidimensional do espaço de Euler com notação de Roe (φ =45°),
mostrando algumas componentes comuns
Figura 40 - Representação da relação de orientação entre austenita e ferrita: Bain (a),
Kurdjumov-Sachs (b) e (Nishiyama-Wasserman (c)
Figura 41 - Seções φ =45° (Roe) para um aço Nb-V (a-d), e outro livre de Nb-V (e-h), para
distintas temperaturas finais de laminação: (a) 850°C, (b) 800°C, (c) 750°C, (d) 650°C, (e)
840°C, (f) 800°C, (g) 750°C, (h) 650°C
Figura 42 - Seções φ =45° de um aço 0,1C-0,4Si-0,05Nb em função ao teor de Mn. (a)
1,28% Mn, (b) 1,78% Mn, (c) 2,06% Mn, (d) 2,48% Mn56
Figura 43 - Gráfico do limite de escoamento teórico versus o ângulo em referência à DL
para varias orientações ideais
Figura 44 - Gráfico $\cos^2\theta$ vs ângulo em referência à DL para varias orientações ideais 58
Figura 45 - Anisotropia da resistência e temperatura de transição; com temperatura final de
laminação em (a) região de não recristalização, e (b) região bifásica58
Figura 46 - Representação da componente de textura de cubo rodado {100}<110> e sua
orientação segundo a direção de laminação59
Figura 47 - Corpo de prova para testes de CTOD61
Figura 48 - Máquina servo-hidráulica INSTRON 1332. Á direita um detalhe do corpo de
prova submerso no banho de álcool durante os testes
Figura 49 - Plano da chapa analisado para o estudo de inclusões
Figura 50 - Amostras para difração de raios X, com a seta à esquerda indicando a direção
de laminação66
Figura 51 - Registros P-CMOD dos aços CLC14 (curva azul) e LCN14 (curva vermelha),
para testes a -20°C
Figura 52 - Registros P-CMOD dos aços CLC14 (curva azul) e LCN14 (curva vermelha),
para testes a -40°C
Figura 53 - Superfícies de fratura dos corpos de prova do aço CLC14 testados a -20°C e -
40°C. As setas indicam a presença de splits69
Figura 54. Registro P-CMOD do CP4 de aço CLC70
Figura 55. Registros P-CMOD dos aços CLC25 (cor azul) e LCN25 (cor vermelha) para os
testes a -20°C e -40°C

Figura 56. Resumo da distribuição de tamanho de inclusões para os aços CLC14, LCN14,
CLC25 e LCN25
Figura 57. Fração de área de inclusões expressadas em percentagem para os quatro tipos de
aços estudados (CLC14, LCN14, CLC25 e LCN25)
Figura 58. Inclusões apresentadas pelo aço CLC, X100
Figura 59. Inclusões apresentadas pelo aço LCN, X10075
Figura 60. Composição química por EDS de algumas inclusões no aço CLC14. (A), (B) e
(D) aluminato de cálcio (CaO-Al ₂ O ₃), (C) óxido de Fe
Figura 61. Composição química por EDS de algumas inclusões no aço LCN14. (A) óxido
de Fe, (B) MnS e (C) Al ₂ O ₃
Figura 62. Tamanhos de grão para os quatro tipos de aços estudados
Figura 63 – Medidas de microdureza Vickers dos aços CLC14 e CLC25 ao longo da
espessura da chapa, 500X
Figura 64 – Medidas de microdureza nas bordas da chapa (A, B e C) e no centro da chapa
(D, E e F) para o aço CLC14, 500X
Figura 65. Macrografia do aço CLC14 com linha de segregação central, Nital 2%81
Figura 66 - Segregação central apresentada pelas chapas, indicada pelas setas brancas 82
Figura 67 - Micrografia MEV com detalhe da morfologia da segregação central
Figura 68 - Micrografía tridimensional representando a microestrutura bandeada
apresentada por todos os aços do trabalho, indicando com a linha amarela a segregação. 83
Figura 69 - Diferença entre a microestrutura bandeada no centro das chapas e nas bordas,
amostras de aço CLC, 200X
Figura 70 - Diferença entre a microestrutura bandeada no centro da chapa e na borda,
amostras de aço LCN, 200X
Figura 71 - Microestrutura do aço CLC14 (amostra 8) da superfície através da espessura,
Nital 2%, 500X
Figura 72 - Microestrutura na metade da espessura. Aço CLC14, Nital 2%, 1000X85
Figura 73 - Esquerda, micrografia MEV X5000 do aço CLC14. Direita, micrografia MEV
X1500. Nital 2%
Figura 74 - Distribuição da bainita na metade da espessura no aço CLC25. Nital 2%, 200X.
$\frac{87}{100}$
Figura 75 - Microestrutura do aço CLC25 na direção ao longo da espessura, Nital 2% 88
Figura /6 - Imagens MEV da microestrutura do aço CLC25. Nital 2%

Figura 77 - Distribuição da segunda fase na metade da espessura, no aço LCN14 (amo	stra
1710-5), Nital 2%, 200X.	89
Figura 78 - Microestrutura na metade da espessura, no aço LCN14. Nital 2%, 1000X.	90
Figura 79 – Imagens MEV da perlita fina no aço LCN14	90
Figura 80 - Micrografia do aço LCN25, 1000X	91
Figura 81 - Micrografias da superfície ao longo da espessura, na região central da char	oa do
aço LCN25, Nital 2%, 1000X	91
Figura 82 - Figuras de polo completas dos planos (110), (200) e (211) para amostras de	e:
(A) LCN14, (B) CLC14, (C) LCN25, (D) CLC25	92
Figura 83 - FDO da amostra CLC14 com notação de Roe	93
Figura 84 - FDO da amostra CLC25 com notação de Roe	93
Figura 85 - Seção φ =26,6° (esquerda) e φ =45° (direita) da amostra CLC14	94
Figura 86 - Seção $\varphi=0^{\circ}$ (esquerda) e $\varphi=45^{\circ}$ (direita) da amostra CLC25	94
Figura 87 - FDO da amostra LCN14 com notação de Roe	97
Figura 88 - FDO da amostra LCN25 com notação de Roe.	97
Figura 89 - Seção $\varphi=0^{\circ}$ (esquerda) e $\varphi=45^{\circ}$ (direita) da amostra LCN14	98
Figura 90 - Seção $\varphi=0^{\circ}$ (esquerda) e $\varphi=45^{\circ}$ (direita) da amostra LCN25	98
Figura 91 - Macrografías de diferentes morfologias de splits apresentados pelos corpos	s de
prova do aço CLC14	101
Figura 92 - Ocorrência de dois splits e seus efeitos no registro P-CMOD (CP-6 do tipo)
CLC14)	102
Figura 93 - Ocorrência de um split na região central do CP-8 e seu efeito no registro P	-
CMOD.	102
Figura 94 - Distribuição de tensões através do eixo Z, antes da ocorrência do split (linh	na
vermelha) e depois do split (linha azul)	103
Figura 95 - Detalhe das superfícies de fratura de um dos splits no aço CLC14	104
Figura 96 - Micrografias MEV da superfície de fratura do split	105
Figura 97 - Micrografia MEV aço CLC14, mostrando segregação junto com a perlita	
alinhada no sentido da laminação, no lugar de inicio do split	105
Figura 98 - Avanço do split na amostra 1457-6 (CLC14) em relação ao sentido da segu	unda
fase alinhada (esquerda). Detalhe da ponta do split (imagem de MEV, à direita)	106
Figura 99 - Micrografias por MEV da borda de fratura do split da amostra 1457-6	
mostrando os diferentes tipos de crescimento apresentados.	107

Lista de tabelas

Tabela 1 - Capacidade de Produção de aço da Usiminas (ton)	4
Tabela 2 – Tipos de aço para construção naval produzidos pela Usiminas	6
Tabela 3 – Requisitos de composição química (%) dos graus de aço AH32, DH32, EH32	,
AH36, DH36 e EH36 (valores máximos a exceção do Mn mínimo)	28
Tabela 4 – Resumo qualitativo dos efeitos dos fenômenos micro estrutural, nas	
propriedades dos aços ARBL. Efeitos benéficos (+) e efeitos prejudiciais (-)	33
Tabela 5 - Composição química do aço ARBL estudado em [39]	43
Tabela 6. Principais componentes de textura herdados pela ferrita da austenita em L.C	54
Tabela 7. Componentes de textura obtidos da laminação na região (γ + α) e na região α	54
Tabela 8. Identificação do material e parâmetros de laminação	60
Tabela 9. Composição química do aço CLC14 e CLC25 (% em peso)	60
Tabela 10. Composição química do aço LCN14 e LCN25 (% em peso)	60
Tabela 11. Requerimento máximo de Carbono equivalente e valor calculado	61
Tabela 12. Parâmetros de pré-trincamento por fadiga (dados experimentais)	62
Tabela 13. Parâmetros da analise de textura por difração de raios X	65
Tabela 14. Resultados de CTOD de carga máxima para o aço LCN14	68
Tabela 15. Resultados de CTOD de instabilidade para o aço CLC14	70
Tabela 16. CTOD dos aços CLC25 e LCN25	71
Tabela 17. Resultados de textura do aço CLC14 e CLC25	94
Tabela 18. Resultados de textura do aço LCN14	98
Tabela 19. Temperaturas calculadas y fornecidas para aço CLC14	00

Lista de símbolos

A ₃	:	Temperatura de transformação austenita - ferrita				
ARBL	:	Alta Resistência e Baixa Liga				
B _s	:	Temperatura de início da transformação bainítica				
C _{eq}	:	Carbono equivalente				
ССТ	:	Continuous Cooling Transformation				
CLC	:	Continuous On-line Control				
CMOD	:	Crack Mouth Opening Displacement				
COD	:	Crack Opening Displacement				
СТОА	:	Crack Tip Opening Angle				
CTOD	:	Crack Tip Opening Displacement				
DBTT	:	Ductile-Brittle Transition Temperature				
DWTT	:	Drop Weight Tear Test				
DL	:	Direção de laminação				
DN	:	Direção normal de laminação				
DT	:	Direção transversal de laminação				
EDS	:	Energy Dispersive Spectrometry				
FDO	:	Função de Distribuição de Orientações				
FPSO	:	Floating Production Storage and Offloading				
G	:	Taxa de liberação de energia				
K	:	Fator de intensidade de tensões				
LCN	:	Laminação Convencional e Normalização				
MA	:	Micro constituinte Martensita – Austenita				
MFLE	:	Mecânica da fratura linear elástica				
MFEP	:	Mecânica da fratura elasto-plástica				
M _s	:	Temperatura de início da transformação martensítica				
popLa	:	Preferred Orientation package – Los Alamos				
r _p	:	Radio plástico				
T _{NR}	:	Temperatura de não-recristalização da austenita				
ТМСР	:	Thermo mechanical Control Process				
TMCR	:	Thermo mechanical Control Rolling				
USE	:	Upper Shelf Energy				
$U_{\rm E}$:	Energia elástica				

V_{g}	:	Deslocamento na boca do entalhe em testes de CTOD			
WIMV	:	Algoritmo de Williams, Imhof, Matthies e Vinel			
ZAT	:	Zona afetada termicamente			
α	:	Fase ferrítica			
γ	:	Fase austenítica ou tensão superficial			
δ	:	CTOD - Crack Tip Opening Displacement			
δ_{c}	:	CTOD crítico			
θ	:	Ângulo de <i>Roe</i>			
σ	:	Tensão aplicada			
σ_{LE}	:	Limite de escoamento			
ρ	:	Radio de curvatura			
φ	:	Ângulo de <i>Roe</i>			
Ψ	:	Ângulo de <i>Roe</i>			

1. Introdução

1.1. A indústria naval brasileira

Em muitos países a construção naval é fomentada devido ao grande impacto que ela produz na geração de emprego e renda, formação de recursos humanos, inovação e desenvolvimento tecnológico. Depois de praticamente ter desaparecido nos anos 80, a indústria de construção naval e *offshore* no Brasil vive seu melhor momento. O setor começou a dar sinais de recuperação em 2004, impulsionado pela demanda criada pelas descobertas de petróleo na camada pré-sal no subsolo do mar territorial brasileiro. Essa descoberta exigiu a recuperação da indústria naval para atender a demanda de construção de navios de apoio marítimo, plataformas de petróleo e navios para o transporte de óleo, entre outros. Atualmente, cerca de 300 navios estão em construção no Brasil nos 38 estaleiros no país (vide Figura 1), além de quatro plataformas de petróleo e oito cascos de navios plataformas (FPSO), gerando mais de 75.000 empregos diretos [1]. O Brasil conta atualmente com o maior estaleiro da América Latina, o recentemente inaugurado estaleiro Atlântico Sul, no Porto de Suape, PE.



Figura 1 - Estaleiros brasileiros em 2010 [1].

A recuperação e expansão da indústria naval brasileira nos últimos 10 anos contrastam com a deteriorada paisagem econômica mundial. A produção mundial de navios caiu de aproximadamente 8.000 navios em 2009 para 6.873 navios na atualidade. A crise da União Europeia é considerada como a principal causa desse comportamento na indústria naval mundial [2].

Apesar da recuperação do setor no Brasil no último tempo, a presença internacional brasileira ainda é pequena, representando 4% da produção total de navios do mundo. A China e a Coréia são os países líderes, com 70% da construção mundial, principalmente pela construção de navios petroleiros e graneleiros. O Japão representa 12% do total mundial com a construção de navios porta-contêineres. A Europa tem uma participação de 4% do total mundial, com navios de passageiros e especiais. Finalmente, os demais países (Estados Unidos, Cingapura, Índia e o Brasil) representam somados, 15% do total da produção mundial. Do ponto de vista da demanda de aço, o maior construtor de navios do mundo, o estaleiro sul-coreano *Hyundai Heavy Industries*, consumirá no curto prazo aproximadamente 650.000 toneladas anuais de aço naval. O fornecedor desse aço será uma nova usina siderúrgica da *Hyundai Steel* em Dangjin, Coréia do Sul, que vai direcionar 65% de sua produção ao estaleiro [3].

A indústria da construção naval no Brasil está atualmente orientada a sete áreas principais:

- a) Navios de apoio marítimo: construção de navios de apoio às operações de exploração e produção de petróleo. Representam cerca de 50% da frota total de 260 navios de apoio marítimo no Brasil, contratados pela Petrobras e petroleiras internacionais.
- b) Apoio portuário: construção de rebocadores para manobras de navios nos portos e terminais privados.
- c) Plataformas e sondas: construção de plataformas semi-submersíveis de produção de petróleo, navios de produção, armazenamento e transferência de petróleo e sondas de perfuração.
- d) Navios para transporte de cabotagem: construção de navios porta-contêineres e navios graneleiros. Nesse segmento está a participação mais modesta da indústria naval brasileira.
- e) Navegação fluvial e interior: construção de navios de transporte de passageiros em rios, lagoas e baías.

- f) Promef: programa de renovação de frota de petroleiros da Petrobras.
- g) EBN: programa Empresa Brasileira de Navegação da Petrobras.



Figura 2 - Estaleiro Atlântico Sul, o maior estaleiro da América Latina com capacidade de processamento de 160 mil toneladas de aço por ano.



Figura 3 - Anel do bloco de aço estrutural para construção do navio.

1.2. Aços para uso naval produzidos pela Usiminas

Os aços utilizados na indústria naval são classificados em dois grupos segundo a norma ASTM A131 [4], de acordo com sua resistência mecânica: aços de moderada resistência e aços de alta resistência. Os aços de moderada resistência são subdivididos em classes A, B, D e E, de acordo com a sua tenacidade, enquanto os aços de alta resistência são subdivididos em classes AH, DH, EH e FH, de acordo com a sua tenacidade à fratura, seguido dos dígitos 32, 36 e 40, que se referem ao limite de escoamento do aço (vide Tabela 2).

A usina siderúrgica Usiminas, produziu 7,2 milhões de toneladas do aço (produtos laminados planos) no ano 2011 e atualmente tem uma capacidade de produção de 8 milhões de toneladas. Detalhes dos produtos produzidos podem ser vistos na Tabela 1.

Produtos acabados	2010	2011-2012	Variação (%)	
Chapas grossas	1.900.000	2.400.000	26%	
Laminados a quente	2.150.000	3.750.000	74%	
Laminados a frio	2.350.000	2.350.000	-	
Revestidos	800.000	1.300.000	62%	
TOTAL	7.200.000	9.800.000	36%	

Tabela 1 - Capacidade de Produção de aço da Usiminas (ton).

A Usiminas é a única siderúrgica na América do Sul que produz chapas grossas de aço para construção naval, tendo duas linhas de produção para a área naval e *offshore*. A primeira é a chapa grossa produzida com o uso de laminação controlada e tratamento térmico (*TMCR*). A segunda é a produzida com o uso de laminação controlada e resfriamento acelerado (*TMCP*). O processo TMCP da Usiminas é de tecnologia CLC (*Continuous on-Line Control*), patenteado pela NSC (*Nippon Steel Corporation*) e consiste no uso combinado de refino secundário, laminação controlada e resfriamento acelerado (vide Figura 4). Essa linha de chapas grossas pelo processo TMCP tem o nome *Sincron* e é destinada principalmente a atender a demanda crescente na indústria de construção naval do Brasil, em aplicações como plataformas do tipo fixas, semi-submersíveis e navios-sonda, assim como ao mercado da construção civil, equipamentos rodoviários, caldeiras,

vasos de pressão e tubos de grande diâmetro. Em geral esse tipo de chapas é utilizado em aplicações onde é requerida uma soldagem de alto aporte térmico [5].



Figura 4 - Ilustração do fluxo de laminação de chapas grossas pelo processo TMCP, na siderúrgica Usiminas [6].

Na figura acima é mostrado o processo TMCP utilizado pela Usiminas para a produção de chapas grossas. Nesse processo é possível identificar os seguintes componentes:

- Forno de reaquecimento: nesse forno, as placas atingem a temperatura correta de laminação (1000 – 1150 °C), e também são dissolvidos os precipitados formados na etapa anterior da aciaria.
- Laminação de desbaste e acabamento: nessa fase é produzido um grande refinamento de grão. É um processo de laminação controlada em que a chapa é laminada na fase de desbaste acima da temperatura de não recristalização da austenita e, posteriormente, laminada abaixo dessa temperatura até a espessura desejada.
- Desempenadeira a quente: antes do resfriamento acelerado, o material passa por uma desempenadeira a quente, a fim de que o resfriamento seja uniforme em todas as direções da chapa.
- Resfriamento acelerado: nessa fase, a chapa é resfriada rapidamente mediante jatos d'água, a fim de controlar a microestrutura do aço para atingir as propriedades mecânicas desejadas.
- Desempenadeira a frio e Prensa: equipamento adicional usado para corrigir a forma das chapas.

O aço para construção naval produzido pela Usiminas é de média e alta resistência mecânica, com limitação de carbono equivalente, sendo produzido na forma de chapas grossas com espessuras entre 6 e 150 mm, largura entre 900 e 3.900 mm e comprimento entre 2.400 e 18.000 mm. Alguns tipos de aços produzidos pela Usiminas são apresentados na Tabela 2.

-		-	_	_		1		
Especificação	Espessura	C (%)	Si (%)	Mn (%)	P (%)	S (%)	C (%)	
(Grau)	(mm)	(máx)	(máx)	(min)	(máx)	(máx)	$C_{eq}(70)$	
А			0,5	2,5 x C				
В		0,21					0,40	
D			0,35	0,6			máx	
E	-				0,7			
AH-32		6,0 a 50,8 0,18		0,5 0,70-1,60		0,035		
DH-32	6,0 a 50,8				0,035		0,36 máx 0,38 máx	
EH-32								
AH-36			0,5					
DH-36								
EH-36								
AH-40								
DH-40							0,40 máx	
EH-40								

Tabela 2 – Tipos de aço para construção naval produzidos pela Usiminas.

1.3. Objetivos

A usina siderúrgica Usiminas implementou na sua planta de Ipatinga (Minas Gerais), um sistema de laminação com resfriamento acelerado (TMCP) para a produção de chapas grossas para a indústria naval e *offshore* brasileira. Estima-se que a tecnologia TMCP propiciará aços ARBL do mesmo grau de resistência dos atualmente utilizados pelo setor naval no Brasil, porém com menores teores de elementos de liga e, portanto, menor carbono equivalente (C_{eq}). Com essa tecnologia podem ser fabricados aços com maior tenacidade à fratura em baixas temperaturas, melhor tenacidade das juntas soldadas e ótima soldabilidade, tudo isso graças à microestrutura refinada dos mesmos.

No entanto, na procura de melhoras no material, os aços por laminação controlada podem apresentar certas características negativas que afetam sua tenacidade. Um exemplo disso é o fenômeno das delaminações (também chamado separações ou *split-out*), caracterizado pelo surgimento de trincas no ligamento remanescente, na direção perpendicular ao plano da trinca original, em corpos de prova em fratura. A ocorrência de delaminações durante os testes de fratura causa instabilidades (*pop-ins*) nos registros e as normas indicam que a tenacidade à fratura deve ser calculada nesse ponto. Assim, esse fenômeno penaliza a avaliação da tenacidade segundo as normas de fratura atuais, pois elas não distinguem instabilidades por delaminações ou por crescimento de trincas no próprio plano.

O objetivo do trabalho foi estudar a origem metalúrgica das delaminações (ou *splits*) durante testes de tenacidade à fratura em baixa temperatura de aços ARBL grau DH36 produzidos por resfriamento acelerado. Esse objetivo foi atingido através dos seguintes objetivos específicos:

- Testes de tenacidade à fratura em baixa temperatura de aços DH36 produzidos pela Usiminas.
- Análise da macro-textura cristalográfica desses aços através de difração de raios-X, com ajuda do software *popLA* para a quantificação das componentes principais.
- Avaliação da distribuição e tipo de inclusões na procura de possíveis pontos de nucleação de trincas responsáveis pelas delaminações.
- Estudo microestrutural, com o objetivo de explicar as possíveis razões por as quais os aços apresentaram delaminações, tentando relacionar esses resultados com os parâmetros de processamento fornecidos pelo fabricante.
- 5) Análise qualitativa das características dos *splits* presentes na superfície de fratura dos corpos de prova utilizados.

2. Revisão bibliográfica

2.1. Fundamentos da Mecânica da Fratura

O desenvolvimento da Mecânica da Fratura iniciou-se quando os métodos tradicionais de cálculo estrutural foram insuficientes para explicar falhas de estruturas que atuavam em níveis de tensões considerados seguros, dentro dos limites admissíveis. Nesses casos foi observado que o modo de falha era a propagação de uma trinca pré-existente, em muitos casos sem deformação plástica relevante previa à fratura. O desenvolvimento da Mecânica da Fratura permitiu quantificar, de forma racional, as condições em que uma estrutura ou componente com defeitos pode operar sem fraturar.

A Mecânica da Fratura correlaciona três variáveis principais: a geometria do defeito, a tenacidade à fratura do material e o carregamento aplicado. Existem dois tipos de abordagem, dependendo do comportamento do material. Quando o material comporta-se dentro do regime elástico até a fratura (materiais frágeis, pouca deformação plástica) o estudo pode ser abordado mediante a Mecânica da Fratura Linear Elástica, MFLE. Quando o material apresenta fratura após apresentar certo grau de deformação plástica (comportamento elasto-plástico, materiais dúcteis) a Mecânica da Fratura Elasto-Plástica, MFEP, deve ser aplicada. O último caso aplica-se aos aços estruturais modernos que, em geral, apresentam alta tenacidade e resistência mecânica moderada [7][8].

Infelizmente todos os materiais e estruturas possuem defeitos. Os defeitos mais deletérios, do ponto de vista da integridade estrutural, são as trincas, que podem aparecer na estrutura durante a operação (trincas por corrosão sob tensão, trincas de fadiga, etc.) ou podem ser originadas durante a construção e montagem (faltas de penetração em soldas, trincas de hidrogênio, etc.). A presença desses defeitos no material diminui, em alguns casos drasticamente, a sua resistência aos esforços.

No ano 1913, *Inglis* desenvolveu uma formulação para o calculo de concentração de tensões baseado numa abordagem por análise de tensões, utilizando um modelo de chapa infinita em tração contendo um defeito elíptico. *Inglis* mostrou que o efeito da concentração de tensões pelo defeito é tanto maior quanto maior é o seu comprimento e menor o raio de curvatura de sua ponta [8]. Considerando o raio de curvatura do furo elíptico, calculou a tensão de ruptura do material como:



Onde *E* é o módulo de elasticidade, γ é a tensão superficial e ρ é o raio de curvatura do furo elíptico. O problema é que ele considerou que todo o material permanece no estado elástico, mas isso não acontece na realidade pois nas proximidades da ponta da trinca ocorre deformação plástica.

Em 1920, *Griffith* desenvolveu um modelo que permitiu calcular a tensão de fratura de um corpo trincado em termos de um processo termodinâmico. A partir da primeira lei da termodinâmica foi obtido um modelo baseado em um balanço energético. Esta análise está baseada em um modelo de chapa infinita (em estado plano de tensões) carregada em tração e contendo um defeito (trinca) vazante (Figura 5). *Griffith* obteve, para estado plano de tensões, a seguinte expressão [7]:





Figura 5 – Modelo de *Griffith*, chapa fina (estado plano de tensões) carregada em tração contendo uma trinca vazante.

O modelo de *Griffith* aplica-se satisfatoriamente aos materiais muito frágeis, tais como vidros e cerâmicas. Em 1949, *Irwin* definiu a taxa de liberação de energia elástica pelo crescimento da trinca (*G*), como:

$$G = \frac{\partial U_E}{\partial a}$$
 Equação 3

Onde U_E é a energia elástica liberada pela propagação da trinca. O *G* é a força motriz para o crescimento da trinca. Por outro lado, o material opõe uma certa resistência ao crescimento da trinca, *R*, que depende da energia necessária para a criação de novas superfícies durante o avanço da trinca. O valor de *R*, que depende do material, é conhecido como G_{cr} . A partir dessa teoria é possível estimar a tensão de fratura para um certo comprimento da trinca a_{cr} , como:

$$\sigma_{cr} = \sqrt{\frac{EG_{cr}}{\pi a_{cr}}}$$
 Equação 4

 G_{cr} é uma propriedade do material (tenacidade à fratura) e depende da temperatura, taxa de deformação e modo de carregamento. Por sua definição, G_{cr} é uma taxa de energia independente se há ou não deformação na ponta da trinca, portanto, também pode ser utilizado em materiais que apresentam pequena deformação plástica até a fratura [8], mas eles devem apresentar comportamento predominantemente linear elástico.

2.1.1 O fator de intensidade de tensões (K)

Outra forma de abordar o problema da fratura dos materiais é através do estudo da distribuição de tensões na vizinhança da trinca. Mas, antes de discutir este assunto é necessário definir os três modos puros em que uma trinca pode propagar (vide Figura 6) [7]:

- Modo I: o carregamento principal é aplicado normal ao plano do defeito.
- Modo II: o carregamento principal é de tipo cisalhamento no plano do defeito, aplicado no plano da chapa.
- Modo III: o carregamento é de tipo cisalhamento no plano do defeito, aplicado perpendicular ao plano da chapa.

Na maioria dos problemas de fratura que acontecem na prática, predomina o modo I, o qual é, precisamente, o modo de carregamento em estudo neste trabalho.



Figura 6 – Os três modos básicos de propagação da trinca [9].

Westergaard analisou a distribuição de tensões elásticas na região vizinha à ponta de uma trinca vazante de comprimento 2*a* em uma placa infinita de um material elástico linear, sob tensões trativas perpendiculares ao plano da trinca (Figura 7). A análise do estado de tensões na vizinhança da ponta resultou nas seguintes equações:

$$\begin{cases} \sigma_{x} \\ \sigma_{y} \\ \tau_{xy} \end{cases} = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \begin{cases} 1 - sen(\theta/2)sen(3\theta/2) \\ 1 + sen(\theta/2)sen(3\theta/2) \\ sen(\theta/2)\cos(3\theta/2) \end{cases}$$

Equação 5

Ou, de forma mais geral:

$$\sigma_{ij} = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} f_{ij}(\theta)$$
 Equação 6

Onde $r \in \theta$ são as coordenadas de um ponto a uma distância $r \in$ um ângulo θ a partir da ponta da trinca, σ é a tensão de tração aplicada na chapa, e a, nesse caso, a metade do comprimento da trinca. *Irwin* observou que o estado de tensões dependia apenas da posição do ponto considerado (r, θ) e definiu o fator de intensidade de tensões (K) para o modo I de carregamento (Figura 6), da seguinte forma:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a}$$
 Equação 7

Ou, de forma mais geral:

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta)$$
 Equação 8



Figura 7 – Nomenclatura das tensões na região vizinha à ponta da trinca.

Portanto, quando é conhecido o valor de K_I, é conhecido todo o campo de tensões próximo à ponta da trinca. Para outras geometrias o fator de intensidade de tensões em modo I é descrito, de forma geral, como:

$$K_I = C_I \ \sigma \sqrt{\pi a} \qquad \qquad \mathbf{Equação 9}$$

Onde C_I é o fator geométrico (adimensional) e depende da geometria da estrutura e da forma e localização do defeito. Portanto, existem diversas expressões de K_I dependendo da combinação de defeitos e geometrias da estrutura.

O fator de intensidade de tensões pode ser utilizado como critério de fratura. A partir da Equação 9 pode-se observar que o aumento do comprimento da trinca ou da tensão aplicada, provocará o aumento do fator de intensidade de tensões até um valor crítico no qual ocorre a fratura. Esse valor crítico, conhecido como KIC, é uma propriedade mecânica do material definida como tenacidade à fratura [8].

Com G e K definidos, é possível estabelecer uma relação entre as metodologias de Griffith e Irwin. Os conceitos anteriores estão relacionados de acordo com as seguintes expressões para estado plano de tensões e para estado plano de deformações, respectivamente:

$$G_I = \frac{K_I^2}{E}$$
 Equaçã

io 10

$$G_{I} = \frac{K_{I}^{2} \left(1 - v^{2}\right)}{E}$$
 Equação 11

Portanto, ambas as visões do problema no que diz à existência de uma trinca nas situações mencionadas anteriormente, são equivalentes.

2.1.2 Estimativas do tamanho da zona plástica

Para estimar o tamanho da região deformada plasticamente na ponta da trinca, *Irwin* propôs, em um modelo muito simples, que a o material escoa quando a tensão na região atinge o limite de escoamento do material (isto é, material com comportamento elástico-perfeitamente plástico). Segundo o seu modelo, por causa da deformação plástica a trinca física comporta-se como uma trinca com comprimento levemente superior, isto é:

$$a_{ef} = a + \Delta a_n$$
 Equação 12

Onde a_{ef} é o valor "efetivo" do comprimento da trinca, e Δa_n é o incremento no comprimento da trinca pela plasticidade. A distância em que o material é deformado plasticamente à frente da ponta da trinca é chamado de zona plástica (vide Figura 8) e é caracterizada pelo rádio plástico r_p , definido (em estado plano de tensões) como:

$$r_p = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_{LE}} \right)^2$$
 Equação 13



Figura 8 – Variação da tensão com r nas proximidades da trinca de um material que apresenta deformação plástica na ponta.

A principal limitação da MFLE é que o material ou estrutura devem apresentar comportamento elástico linear até a fratura, o que não é o que normalmente ocorre com aços estruturais, que apresentam elevada deformação plástica antes do inicio do crescimento instável de trinca. Assim sendo, a aplicabilidade da MFLE para a avaliação da tenacidade dos aços estudados neste trabalho, está descartada.

Assim, quando um material dúctil trincado é submetido a esforços mecânicos trativos perpendiculares ao plano da trinca, ocorre deformação plástica na vizinhança da sua ponta. Consequentemente, o aumento do nível de tensões aplicadas irá produzir mais deformação plástica, chegando inclusive a deformar a totalidade do ligamento. Nessas situações aplicase a Mecânica da Fratura Elasto-plástica (MFEP). Em geral, na MFEP são utilizados dois critérios para avaliar a tenacidade: CTOD (*Crack Tip Opening Displacement*) e o método da Integral J. Neste trabalho o estudo de tenacidade foi feito de acordo ao primeiro critério, que é detalhado a seguir.

2.1.3 O CTOD (Crack Tip Opening Displacement)

Os fundamentos dessa metodologia foram estabelecidos de forma independente pelos trabalhos de *Wells* e *Cottrell*, em 1961. Eles tentaram definir um critério de fratura para os materiais que tinham uma maior capacidade de deformação plástica na ponta do defeito e para os quais a MFLE não era aplicável.

O critério de CTOD postula que na ponta da trinca ocorre deformação plástica. Assim sendo, o fator que controla a fratura é o nível de deformação na ponta da trinca. *Wells* propôs um parâmetro para quantificar a deformação nessa região. Assim, a abertura das faces da trinca (*Crack Opening Displacement*, COD) na posição em que originalmente estava localizada a ponta da trinca original é chamada de *Crack Tip Opening Displacement* (CTOD) e definido pelo símbolo " δ " [9].

A partir do modelo proposto por *Dugdale* (vide Figura 9), é possível quantificar o deslocamento δ em condições elasto-plásticas. Baseado nesse modelo, o CTOD numa placa infinita contendo uma trinca sujeita a tensões trativas, está dado por:

$$\delta = \frac{8 \cdot \sigma_{LE} \cdot a}{\pi \cdot E} \ln \sec\left(\frac{\pi}{2} \frac{\sigma}{\sigma_{LE}}\right)$$
 Equação 14

Onde σ_{LE} é o limite de escoamento do material, *a* o comprimento da trinca, e σ é a tensão aplicada na chapa. Para um nível de tensão baixo, isto é, quando $\sigma \ll \sigma_{LE}$ e utilizando uma expansão em série da função (*ln sec*), é obtida a seguinte expressão:

$$\delta = \frac{\pi \cdot \sigma^2 \cdot a}{E \cdot \sigma_{LE}}$$
 Equação 15

Baseado na equação anterior existe uma relação entre o CTOD e o fator de intensidade de tensão *K* definido anteriormente:

$$\frac{\delta}{\varepsilon_{LE}} = \left(\frac{K_I}{\sigma_{LE}}\right)^2$$

Equação 16

Quando existe deformação plástica relevante durante o processo de fratura, isto é, quando σ é mais próxima de σ_{LE} , a equação anterior deixa de ser válida.



Figura 9 - Modelo de *Dudgale* [7].

Como dito, o CTOD está associado às deformações plásticas nas vizinhanças da ponta da trinca. Assim, é esperável que a fratura ocorra quando o δ atinge um valor crítico (δ_c), propriedade do material. O valor crítico de CTOD pode ser medido experimentalmente, a partir de testes de fratura normalizados.

A medição direta de δ na ponta da trinca é uma tarefa tecnicamente inviável. Portanto, a avaliação experimental desse parâmetro é realizada indiretamente, utilizando um deslocamento medido na boca do entalhe, V_g , também chamado de *Crack Mouth Opening*

Displacement, CMOD. O deslocamento medido na boca do entalhe, na superfície do corpo de prova, apresenta uma relação direta com o valor de CTOD. Segundo a norma BS 7448 [10], cuja metodologia é utilizada neste trabalho, o CTOD é inferido assumindo que a componente plástica do deslocamento do corpo de prova, de geometria em flexão, gira em torno de um ponto conhecido como centro aparente de rotação. Isto é, há um centro aparente de rotação que no início do carregamento muda de posição até se estabilizar no regime plástico (vide Figura 10).



Figura 10 - Modelo da dobradiça plástica para a estimativa de CTOD a partir de um corpo de prova de flexão em três pontos.

A partir da Equação 17, e considerando a componente plástica do deslocamento, conclui-se por semelhança de triângulos, que [9]:

$$\frac{\delta}{r(W-a)} = \frac{V_g}{r(W-a)+a}$$
 Equação 17

Resolvendo para δ obtemos:

$$\delta = \frac{r(W-a)V_g}{r(W-a)+a+Z}$$
 Equação 18

Onde δ é a abertura na ponta da trinca, r é o fator rotacional, V_g é a abertura na boca da trinca ou CMOD, a é o comprimento de trinca, W é a altura do corpo de prova e Z é a altura do suporte do extensômetro.

O uso da expressão acima apresenta duas dificuldades óbvias. A primeira é que são necessárias técnicas complexas para medir o valor do fator r, o qual depende do tipo de corpo de prova utilizado e, a segunda, é a interpretação correta do valor de V_g , pois o

mesmo possui uma componente elástica e uma componente plástica. Assim sendo, o cálculo do CTOD é feita a partir do somatório das duas componentes, como:

$$\delta = \delta_{elastico} + \delta_{plastico} = \frac{K_1^2}{m\sigma_e E'} + \frac{r_{plastico} (W - a) V_{plastico}}{r_{plastico} (W - a) + a + Z}$$
 Equação 19

Quando existe grande deformação plástica durante o processo de fratura o valor de CTOD pode ser calculado simplesmente a partir da componente plástica $\delta_{plastico}$, que é muito maior que a componente elástica. Isto é:

$$\delta = \delta_{plastico} = \frac{r_{plastico} (W - a) V_{plastico}}{r_{plastico} (W - a) + a + Z}$$
 Equação 20

Em 1979, a *British Standards Institution* (BSI) publicou a primeira norma para o cálculo de CTOD (norma BS 5762), a qual estimava o valor crítico δ_c a partir do modelo de dobradiça plástica apresentado acima e calculando a tenacidade a partir da medição do CMOD. Esta aproximação continua sendo utilizada até hoje na norma BS 7448-1991 [10]. Por outro lado, no ano 1989, foi publicada uma norma ASTM que utilizava o mesmo modelo de dobradiça plástica para o cálculo de CTOD crítico (norma E1290-89). Posteriormente, em 1996, a ASTM publicou uma nova norma que incluía os três parâmetros de tenacidade *K*, *J* e CTOD combinados, na norma E1820-96. Portanto, as normas ASTM E1290 e ASTM E1820 têm metodologias similares, mas a primeira apresenta-se como um procedimento básico da norma E1820, que faz a avaliação de valores de CTOD crítico (δ_c ou δ_u) correspondentes ao início da fratura por clivagem, com ou sem significante crescimento estável prévio da trinca [11]. Finalmente, em 2002, a ASTM E1290 abandonou o modelo de dobradiça plástica e adotou uma conversão de *J* para determinar o valor de δ_c :

$$J = m \cdot \sigma_{LE} \cdot \delta$$
 Equação 21

onde *m*~1 para condições de tensão plana.

Em geral, o procedimento experimental para a medição de CTOD é o seguinte [9]:

- a) Usinagem do corpo de prova segundo geometrias normalizadas;
- b) Pré-trincamento por fadiga sob carregamento máximo controlado e razão de tensões sugerida R = 0,1;
- c) Instrumentação dos CPs com extensômetros para a medição do CMOD;

- d) Realização do teste sob controle de deslocamento, com registro da carga e da abertura (deslocamento) do extensômetro.
- e) Analise dos registros carga versus deslocamento do extensômetro para determinação do CTOD.

O comprimento inicial da trinca (determinada pela pré-trinca por fadiga) deve estar entre 0,5 e 0,75 do valor de *W* no corpo de prova para garantir a confiabilidade no uso da equação 22. Durante os testes são obtidos registros de carga versus abertura da boca do entalhe (CMOD), cuja forma determina o tipo de CTOD que será reportado. Os registros típicos que podem ser obtidos são apresentados na Figura 11.



Figura 11 - Comportamentos típicos dos registros CTOD apresentados nos registros carga versus CMOD [10].

Assim sendo, para registros do tipo (1), (2) e (3) na Figura 11, o CTOD deve ser calculado no ponto de instabilidade no registro, que ocorre para crescimentos de trinca Δa menores que 0,2 mm. Assim, para esses casos o valor de CTOD é reportado como sendo δ_c . Para registros do tipo (4) e (5) a tenacidade deve também ser calculada na instabilidade, mas ela ocorre para Δa mariores que 0,2 mm. Nesse caso, o CTOD deve ser reportado como δ_u . Finalmente, no caso do registro (6) o CTOD deve ser calculado no ponto da carga durante o teste e o valor é reportado como sendo δ_m [10].

Como pode ser visto, os registros de Carga versus CMOD podem apresentar instabilidades (como os registros 3 e 5 da Figura 11) chamadas de *pop-ins*. Essas instabilidades estão geralmente associadas ao crescimento da trinca no seu próprio plano. No entanto, essas

descontinuidades também podem ter outra origem: as delaminações. Nesse caso, a superfície de fratura irá apresentar trincas no ligamento, no plano perpendicular à trinca principal. Assim, essas delaminações afetam o comportamento em fratura do aço e o procedimento de cálculo da tenacidade. A seguir são apresentadas as duas fontes da origem das descontinuidades nos registros CTOD.

2.1.4 Pop-in

O *pop-in* é definido pela norma BS 7448-1 [10] como uma descontinuidade na curva força versus deslocamento. Corresponde a um aumento repentino no deslocamento (CMOD) associado a uma diminuição repentina na carga. Posteriormente, o deslocamento e a força aumentam lentamente por sobre os valores do *pop-in*. Comumente o *pop-in* é provocado por uma pequena quantidade de crescimento instável da trinca no próprio plano durante o carregamento monotônico, que pode acontecer também em testes de fadiga.

A importância desse fenômeno é o crescimento instável da trinca, que em testes monotônicos imobiliza-se por estar em condições de deslocamento controlado. Caso a estrutura esteja submetida a uma condição de carregamento constante, uma instabilidade desse tipo pode levar à estrutura à fratura catastrófica [12]. É por esse motivo que as normas indicam que a tenacidade à fratura, na presença de *pop-ins*, deve ser calculada na primeira instabilidade relevante. Infelizmente, delaminações no ligamento durante os testes de fratura provocam instabilidades do mesmo tipo nos registros, pelo que a tenacidade à fratura do material deve ser calculada e reportada nesse ponto, embora o mecanismo de crescimento da trinca que provocou o *pop-in* seja totalmente diferente. Assim sendo, eliminar as delaminações no ligamento aumenta notavelmente os valores de tenacidade à fratura medidos experimentalmente [13].

O crescimento instável da trinca no seu próprio plano é relativamente comum em testes de fratura de juntas soldadas. Nesse caso as instabilidades do tipo *pop-in* estão relacionadas com presença de heterogeneidades no material produto da segregação de inclusões grandes, partículas de carbetos ou átomos de soluto. A dimensão dessas descontinuidades geralmente é similar à extensão da trinca por *pop-in* [14].

2.1.5 O fenômeno de delaminação (split-out)

As delaminações, fenômeno também conhecido como separações ou *split-out*, refere-se à aparição repentina, durante testes de fratura monotônica, de impacto ou testes dinâmicos, de trincas adicionais no ligamento remanescente, de natureza frágil (clivagem transgranular ou intergranular), perpendiculares ao plano primário de fratura (vide Figura 12).



Figura 12 - Superfície de fratura apresentando delaminações (splits) [15].

O fenômeno acontece principalmente em testes mecânicos de juntas soldadas ou chapas de aço laminado com alta porcentagem de redução e com temperaturas finais de deformação baixas e tem sido estudado principalmente mediante testes *Charpy*, existindo pouca bibliografia em testes de tenacidade à fratura. As trincas (*splits*) aparecem sempre paralelas ao plano de superfície da chapa [16].

O número e comprimento das separações aumentam com a diminuição da temperatura do teste, até atingir um máximo próximo à região de transição. Para temperaturas muito baixas o fenômeno desaparece, pois toda a superfície de fratura é composta por facetas de clivagem, sendo impossível identificar o fenômeno [16]. Também tem sido reportado que, quando a temperatura final de laminação num aço ARBL diminui, o número de *splits* na
superfície de fratura do corpo de prova aumenta [17], o que será abordado em detalhe no ponto 2.4.6.

Em aços laminados, os mecanismos de iniciação das delaminações dependem da composição química, microestrutura e, principalmente, das condições de laminação a quente. As possíveis causas que provocam este tipo de trincas são [18]:

- A presença de inclusões alongadas tais como MnS ou silicatos, que atuam como pontos de nucleação de trincas, propagando atraves de microestruturas apropriadas. Este mecanismo não se aplica aos aços com baixo teor de Enxofre.
- Existência de uma textura cristalográfica intensa com orientação de grãos {100}<110>.
- Estruturas bandeadas ao longo da direção de laminação. Principalmente bainita ou perlita.
- Falha intergranular ao longo dos limites de grão da austenita previa, causada pela segregação de impurezas.
- Anisotropia dimensional da microestrutura durante o processo de laminação controlada. Isso se refere aos grãos de austenita no caso de fratura intergranular e aos grãos de ferrita no caso de fratura transgranular.
- Uma combinação desses fatores.

O Manganês tem alta afinidade com o Enxofre, formando sulfetos muito plásticos que, durante o processo de laminação, vão a adotar uma forma alongada. Essas inclusões alongadas atuam como concentradores de tensões no interior do material, diminuindo a tenacidade e facilitando a nucleação de *splits*. Uma forma de evitar a formação de MnS alongadas é a adição de cálcio (entre 0,001 e 0,005%), que é formador de inclusões não alongadas na laminação [19].

Considerando as tensões aplicadas, a delaminação tem sido explicada pelo critério de tensão crítica para testes de impacto *Charpy*. Nesse caso, a aparição do fenômeno geralmente é associada a uma diminuição da temperatura de transição. O critério de tensão sugere que as condições para a ocorrência de *splits* são dadas pelas relações:

$$\sigma_f^L > \sigma_L$$
$$\sigma_f^Z = \sigma_Z$$

Onde σ_f^L y σ_f^Z são as tensões aplicadas nas direções *L* (longitudinal à chapa laminada) e *Z* (através da espessura da chapa) respectivamente, enquanto σ_L e σ_Z correspondem às resistências de fratura por clivagem nessas direções. Subtraindo as duas expressões temos a seguinte condição:

$$\sigma_f^L - \sigma_f^Z \ge \sigma_L - \sigma_Z = k' \times \sigma_y$$
 Equação 22

Onde k' é uma constante e σ_y é o limite de escoamento uniaxial. Quando o aço contém, por exemplo, uma microestrutura bandeada que é densa no sentido da espessura, a resistência de fratura por clivagem na direção Z aumenta, diminuindo o fator e promovendo a ocorrência da delaminação.

Em testes de impacto *Charpy*, tem sido estudada a relação entre o comprimento do *split* e a temperatura, considerando a mudança do estado de distribuição de tensões. Para temperatura ambiente, onde existe um estado plano de tensões, prevalece a fratura dúctil. As tensões nos eixos $X \in Z$ (segundo a Figura 13) tornam-se zero e a fratura dificilmente ocorre nessas direções. No eixo Y a tensão é aplicada quando a fratura é iniciada. Em baixas temperaturas, predomina a fratura frágil e a distribuição de tensões é da forma $\sigma_Y > \sigma_Z > \sigma_X$. Nesta situação, a fratura é iniciada na direção do eixo Y, no qual a tensão é aplicada mais intensamente que no eixo Z e propaga-se rapidamente até atingir a fratura, enquanto que a trinca não é iniciada em outras direções. Em temperaturas muito baixas, onde predomina completamente a fratura frágil por clivagem, o número e comprimento das separações diminuem e tendem a desaparecer.



Figura 13 - Esquema mostrando a direção de propagação do *split* na superfície de fratura de um corpo de prova.

Como mencionado, a delaminação tem sido estudada principalmente para testes de impacto *Charpy*, no entanto muito pouco é conhecido para testes de tenacidade CTOD. Neste sentido, tem sido proposta uma relação entre delaminação e tenacidade ao impacto, utilizando a equação [17]:

$$E_A = A \times [E_D \times X_D + E_B (1 - X_D)] \quad \text{Equação 23}$$

Onde E_A , A, E_D , E_B y X_D , correspondem à energia total absorvida, área total, energia de fratura dúctil por unidade de área, energia de fratura frágil por unidade de área e relação de superfície de fratura dúctil, respectivamente. E_A e X_D possuem uma relação lineal. Quando as superfícies de fratura por clivagem são provocadas por delaminação, X_D diminui e, por conseguinte, também diminui E_A . O aumento das separações produto da diminuição da temperatura deteriora ainda mais a tenacidade em baixas temperaturas. Com o aumento do comprimento das separações, aumenta também a energia de transição (ETT) devido a que o inicio da fratura frágil em baixas temperaturas é acompanhado tanto pela redução da relação de fratura dúctil (X_D), como pelo aumento das separações, que por sua vez reduz o fator X_D . Em outras palavras, com a presença de separações, a energia total absorvida diminui mais rapidamente com a temperatura, que sem a presença de separações, portanto aumenta a ETT e deteriora-se a tenacidade em baixas temperaturas.

A tenacidade à fratura medida em um aço laminado a partir de uma curva cargadeslocamento de um teste CTOD que apresentou delaminação, não corresponde a uma propriedade do material. O comportamento em fratura nesta situação vai depender da orientação do entalhe utilizada no corpo de prova. A Figura 14 mostra os resultados dos testes de CTOD a -20 °C para corpos de prova SE(B) Bx2B de um aço API X65 processado por laminação controlada para tubos. Dessa figura é claro que a aparição de instabilidades por delaminação na curva de orientação *Y-X*, segundo a nomenclatura da Figura 15, vai afetar a medição da tenacidade do material, mesmo quando não apresente o valor mínimo de CTOD. Na verdade, nesse estudo, a menor tenacidade foi obtida para a orientação *Z-X* [15].



Figura 14 - Registros P-CMOD com entalhes nas direções Y-X, Y-Z e Z-X (o registro vermelho está deslocado à direita com fins ilustrativos) [15].



Figura 15 - Orientação de entalhe utilizado no exemplo acima dos testes de CTOD de um aço API X65. X é o eixo longitudinal do tubo e Z é a espessura da parede do tubo.

Por outro lado, no trabalho realizado por *Tanaka* [20], utilizou-se um aço ferrítico de ultra baixo carbono, com 1% de Manganês, para poder descartar a influencia das fases bandeadas e a influencia das inclusões alongadas na aparição dos *splits*. Nesse estudo concluiu-se que as temperaturas do teste e a temperatura final de laminação T_{FL} , têm relação direta com o surgimento de *splits* em testes *Charpy* e de tração (vide Figura 16). Além disso, na Figura 17 é mostrada a relação dos *splits* com a orientação do entalhe nos corpos de prova em *Charpy*.

Temperatura de teste (°C)



Figura 16 - Superfícies de fratura em *Charpy*. Delaminação e sua relação com a temperatura final de laminação e temperatura de teste [21].



Figura 17 - Relação dos *splits* com a orientação do entalhe em testes *Charpy*. (1) paralelo, (2) perpendicular, (3) 45° no que diz à superfície da chapa [21].

2.1.6 Efeitos dos splits na tenacidade dos aços estudados

É evidente que a presença de *splits* indica fragilização na direção X, mas isso não necessariamente acontece nas direções Y ou Z (segundo a nomenclatura de eixos da Figura 13). A seguir são apresentadas, de forma resumida, algumas conclusões presentes na literatura dos efeitos da presença de delaminações na tenacidade de aços similares aos utilizados no presente trabalho. É evidente que não existe acordo geral sobre esse tema.

A aparição de *splits* de considerável tamanho diminui a resistência à propagação dúctil de trincas em aços ARBL para tubos (0,07 %C, 1,8 %Mn) medida através do CTOA em testes DWTT [22]. Por outro lado, como é evidente a partir da definição das delaminações, tem sido amplamente estudado que a aparição de *splits* produz anisotropia das propriedades de tenacidade ao impacto [13].

Contrariamente ao anterior, tem sido estudado que, para aços com 0,15 %C, 0,3 %Si e 1,5 %Mn, com microestrutura ferrita-perlita, a temperatura de transição dútil-frágil (DBTT) medida mediante testes de Charpy diminui pelo efeito conjunto das delaminações e o refino de grão. Nesses casos, a ocorrência de um *split* produz que o corpo de prova atue como dois corpos de menor espessura efetiva (produto da separação das superfícies) o que a sua vez provoca uma mudança no estado de tensões na ponta da trinca, passando de um estado de deformação plana para um estado de tensão plana, resultando finalmente na diminuição da DBTT [23].

Existe uma técnica relativamente nova para obter maior tenacidade em baixas temperaturas, baseada na aparição de delaminações e aproveitando o fato que os *splits* produzem um relaxamento da condição de triaxialidade de tensões na ponta da trinca original, pela queda (para o zero) da tensão na direção perpendicular ao plano do *split*. Esses *splits*, em conjunto com o refino de grão, têm sido estudados como uma ferramenta para diminuir a DBTT sem a adição de elementos de liga adicionais [24][25].

Finalmente, alguns autores concluíram que para aços ARBL de baixo Carbono (0,046 %C, 1,75 %Mn), as delaminações não têm influencia na tenacidade medida em testes Charpy (utilizando o critério de *Upper Shelf Energy*, USE) para temperaturas similares às utilizadas neste trabalho (-30 °C) [26]. No entanto, a diminuição da temperatura de transição dútil-frágil, normalmente está associada ao sacrifício da USE durante testes *Charpy* [27].

2.2.Aços ARBL

No início de 1900, as novas tecnologias exigiam melhores propriedades mecânicas dos aços, sem preocupação com a tenacidade à fratura. Inicialmente isso foi atingido através do aumento do teor de carbono, mesmo em níveis de até 0,3% em chapas de aço laminadas a quente. No entanto, o aumento do teor de carbono estava prejudicando a tenacidade à fratura, a soldabilidade e a conformabilidade das chapas. Por esta razão, foi necessário encontrar outras formas de melhorar as propriedades mecânicas, mantendo-se baixo o teor de carbono. Entre os anos 1950 e 1960 foram desenvolvidos os aços ARBL (Alta Resistência e Baixa Liga), que são o resultado do estudo das interações entre os elementos de liga e as propriedades do aço, tais como o tamanho de grão, ductilidade e resistência mecânica. Os aços ARBL pertencem a um grupo de aço de baixo carbono contendo pequenas quantidades de elementos de liga para atingir limites de escoamento entre 350 e 700 MPa. Devido à baixa quantidade de carbono (menos de 0,15%), sua soldabilidade é igual ou superior à do aço carbono, mas o tamanho de grão da ferrita é muito menor (vide a Figura 18).



Figura 18 – Esquerda: Micrografia MEV do aço ao carbono, matriz ferrítica, FeC₃ nos L.G e perlita (650X). Direita: aço ARBL com fina matriz ferrítica, FeC₃ e ilhas de perlita 1250X [28]

A alta resistência mecânica desses aços é devido aos mecanismos de refinamento de grão, endurecimento por solução sólida (devido ao Mn e Si) e endurecimento por precipitação [28]. A composição química inclui elementos de liga tais como Manganês (~1%), Silício (<0,6%), Cobre, e elementos microligantes tais como Vanádio, Nióbio, Titânio e Molibdênio (~0,1%). Outros elementos adicionados aos aços ARBL para melhorar suas propriedades mecânicas são Cromo, Níquel, Zircônio, Boro, Alumínio e Nitrogênio. Os requerimentos de composição química para um grupo de aços ARBL, segundo a norma ASTM A131M-01 [4][1], são apresentados na Tabela 3. Para o caso de aços do tipo AH36, DH36 e EH36, a norma estabelece um máximo de carbono equivalente (%) de 0,38 para espessuras de chapa menores que 50 mm. O carbono equivalente é medido da seguinte forma [4]:

$$C_{eq} = C + \frac{Mn}{6} + \frac{Cr + Mo + V}{5} + \frac{Ni + Cu}{15} (\%)$$
 Equação 24

Tabela 3 – Requisitos de composição química (%) dos graus de aço AH32, DH32, EH32, AH36, DH36 e EH36 [4] (valores máximos a exceção do Mn mínimo).

С	Mn	Р	S	Si	Cr	Ni	Mo	Cu	V	Nb
0,18	0,90-1,60	0,04	0,04	0,10-0,50	0,25	0,40	0,08	0,35	0,10	0,05

Pelas suas propriedades mecânicas, esses aços são amplamente utilizados na indústria automotiva, na construção de tubos de grande diâmetro para transporte de óleo e gás e na construção de navios e estruturas *offshore*. Os aços ARBL são classificados da seguinte forma [12][16]:

- Aço para usos *offshore* (*weathering steels*), projetados para apresentar alta resistência à corrosão atmosférica.
- Aços por laminação controlada (*control-rolled steels*), projetados para obter uma estrutura austenítica altamente deformada num primeiro momento, que se tornará uma estrutura ferrítica com grãos finos equiaxiais durante o resfriamento.
- Aços com baixa quantidade de perlita (*pearlite-reduced steels*), endurecidos pela ferrita de grão fino e por precipitação, mas com baixo teor de carbono e, portanto, pouca ou nenhuma quantidade de perlita.
- Aços microligados (*microalloyed steels*), com baixa quantidade de elementos de liga tais como Nb, Va e Ti (em geral menos a 0,1%), elementos adicionados para refinar o grão e para aumentar o endurecimento por precipitação.

- Aços com ferrita acicular (acicular ferrite steels), com baixas quantidades de carbono, bem como a capacidade de se transformar em uma estrutura de ferrita acicular muito fina durante o resfriamento (bainita de baixo teor de carbono), além da estrutura normal da ferrita poligonal.
- Aços de dupla-fase (*dual-phase steels*), com microestrutura de ferrita contendo pequenas regiões distribuídas de martensita de baixo carbono, resultando em um material com limite de escoamento baixo e alta taxa de endurecimento, obtendo-se aços de alta resistência e alta conformabilidade.

Os aços dupla-fase foram desenvolvidos em meados da década de 1970, e correspondem a aços com microestrutura de ferrita e martensita de baixo carbono (em torno de 20% em volume) que apresentam valores de resistência à tração entre 485 e 850 MPa. Esses aços surgiram da necessidade de aumentar a ductilidade dos aços ARBL para a indústria automotiva, mantendo a sua resistência mecânica. Eles são obtidos por resfriamento rápido em condições de "não equilíbrio", em que a austenita é transformada em fases metaestáveis como martensita ou bainita (vide Figura 19).



Figura 19 – Micrografia MEV de um aço dupla fase, com uma fina matriz de ferrita e uma distribuição em torno a 20% em volume de martensita [28].

Sobre as propriedades mecânicas, tem sido estudado o que as curvas tensão-deformação para aços ARBL (tanto comuns como dupla-fase) são muito diferentes se comparadas com as curvas dos aços ao carbono (Figura 20). No entanto, a relação entre resistência e alongamento uniforme (medida alternativa da ductilidade) é muito maior em aços dupla-

fase que em aços ARBL ou ao carbono. A Figura 21 mostra a maior ductilidade e conformabilidade dos aços dupla-fase frente aos aços ao carbono.



Figura 20 – Curvas tensão-deformação esquemáticas para aços ARBL (SAE 950X e 980X) dupla fase (GM 980X) e aços carbono [28].



Figura 21 – Relação entre resistência e ductilidade, comparando aços ARBL, aços carbono e aços dupla fase [28].

2.2.1. Mecanismos de endurecimento

A razão pela qual os aços ARBL têm melhores propriedades mecânicas que os aços ao carbono, mesmo com composição química similar, é a existência de vários mecanismos de

endurecimento simultâneos. Esses mecanismos são: refinamento do tamanho de grão, endurecimento por precipitação, endurecimento por átomos de soluto e interação das discordâncias. Deve-se observar que, como em todos os aços, alguns desses mecanismos podem melhorar certas propriedades às custas de outras. O refinamento de grão parece ser o mecanismo mais desejável para melhorar várias propriedades simultaneamente (vide a Figura 22). Nesse caso, a resistência mecânica é aumentada pela diminuição do tamanho do grão da ferrita e, portanto, pela diminuição da distância disponível para a livre circulação das discordâncias. Esse mecanismo de endurecimento afeta principalmente ao limite de escoamento, de acordo com a seguinte equação de *Hall-Petch* [29]:

$$\sigma_{LE} = \sigma_i + k / \sqrt{d}$$

Equação 25

Onde σ_{LE} é o limite de escoamento; σ_i é a tensão de fricção (uma medição da dificuldade das discordâncias de mover pela rede cristalina); *k* é o coeficiente de resistência; e *d* é o tamanho de grão da ferrita.

A partir dessa equação foi desenvolvida uma expressão quantitativa que considera o endurecimento por solução sólida devido a elementos de liga como o Silício ou Manganês, além de estudar o efeito da porcentagem de perlita na microestrutura e os efeitos dos precipitados como carbonetos e nitretos na tensão de fricção:

$$\sigma_i = f(A) + B(\% \text{ perlita}) + C(\% Mn) + D(\% Si) + \dots + \Delta Y$$
 Equação 26

Onde σ_i é a tensão de fricção numa matriz de ferrita pura; B, C, D, etc., são constantes empíricas e ΔY é a diferença entre o limite de escoamento medido e calculado (diferença atribuída à contribuição dos precipitados).

O mecanismo de endurecimento por precipitação também desempenha um papel importante nos aços ARBL. A influência de elementos de liga formadores de precipitados tais como Nb, Ti, V e Cu, tem sido estudada [30][31]. Para o desenvolvimento de aços de alta resistência e tenacidade razoável é necessário entender a interação entre precipitados e discordâncias. Em geral, materiais de alta resistência apresentam valores de tenacidade baixos e sua máxima resistência mecânica aparece no pico do processo de envelhecimento. Isso ocorre porque os precipitados coerentes são facilmente cortados pelas discordâncias em movimento, o que explica a tenacidade baixa. Por outro lado, em condições de sobreenvelhecimento, os precipitados são incoerentes com a matriz e, portanto, não são cortados pelas discordâncias, aumentando a tenacidade do aço [32]. Por exemplo, em aços ARBL- 100 (aços com quantidades porcentuais de cobre entre 1 e 2%) submetidos a deformação a frio e envelhecimento, foram estudados os efeitos dos precipitados de cobre sobre as propriedades mecânicas. Foi determinado que a presença das partículas de cobre produz um aumento da tensão máxima à tração e na dureza, mas causaram uma diminuição acentuada na ductilidade e na resistência ao impacto, especialmente em condições pico de envelhecimento [32]. Mas, uma combinação ideal entre a resistência mecânica e tenacidade pode ser obtida controlando a temperatura de envelhecimento. Uma temperatura ideal de envelhecimento (640-665 °C) está associada com a formação de uma nova austenita termicamente estável e com alta quantidade de elementos de liga, tais como Ni, Cu, Cr e Mn [33].

Na Tabela 4 é possível ver um resumo qualitativo dos efeitos dos fenômenos de endurecimento mencionados nas propriedades dos aços ARBL. A partir dos dados na tabela fica claro que um único mecanismo não é suficiente para melhorar todos os aspectos de um aço ARBL. Portanto, as contribuições de cada mecanismo de endurecimento envolvido devem ser controladas mediante de ajustes apropriados dos parâmetros de processamento e da composição química. A Figura 22 mostra quantitativamente os efeitos dos mecanismos de endurecimento envolvidos no processamento de um aço ARBL.



Figura 22 – Efeitos dos mecanismos de endurecimento para um aço ARBL típico (resistência à tração de 650 MPa).

Propriedade	Grão fino	Perlita	Solução sólida	Precipitação	Controle das inclusões
Resistência mecânica	+	+	+	+	0
Formabilidade	+/0	-	-/0	-	+
Tenacidade	+	-	-	-	+
Resistência à fadiga	+	+	+	+	+/0
Soldabilidade	0	-	-	-/0	+/0

Tabela 4 – Resumo qualitativo dos efeitos dos fenômenos micro estrutural, nas propriedades dos aços ARBL. Efeitos benéficos (+) e efeitos prejudiciais (-).

2.2.2 Influência dos elementos de liga

A adição de elementos microligantes nos aços ARBL é a chave de suas excelentes propriedades mecânicas. Esses elementos afetam os mecanismos de endurecimento, mudando as posições de cada região de transformação nas curvas (CCT) e produzindo diferentes características na transformação austenítica. Além disso, promovem o refino de grão pela diminuição da temperatura de inicio da bainita (B_S) e martensita (M_S). A seguir é apresentada a importância metalúrgica de cada elemento de liga:

- a) Carbono: produz endurecimento por solução sólida. Com o aumento do teor de C, aumenta a habilidade para formar martensita, o que produz um aumento da resistência mecânica. Com a diminuição do teor de C melhora a tenacidade e a temperatura de transição dútil-frágil (DBTT). Além disso, baixos teores de C produzem aços altamente soldáveis, insensível ao trincamento pelo hidrogênio. A necessidade de pré-aquecimento na soldagem também é suprimida.
- b) Manganês: reage com o enxofre para formar MnS, impedindo a formação do FeS, deletério nos limites de grão e que produz o trincamento a quente. Mn, combinado com silício, é um excelente desoxidante. A presença de Mn diminui a temperatura DBTT e aumenta a resistência quando está em solução sólida.
- c) Cobre: aumenta o endurecimento por precipitação. Melhora as propriedades de corrosão e reduz a susceptibilidade ao trincamento por hidrogênio.
- d) Níquel: aumenta a resistência por refino de grão e solução sólida. Reduz a temperatura DBTT, mas não afeta a energia Charpy. Aumenta consideravelmente a temperabilidade e promove uma alta tenacidade.

- e) Molibdênio: Aumenta a resistência sem perda de tenacidade. É um forte formador de carbetos e suprime a fragilização do revenido.
- f) Cromo: aumenta a temperabilidade da bainita pelo retardo na formação de ferrita pró-eutetóide. Promove a resistência à corrosão e é um forte formador de carbetos.
- g) Alumínio: diminui a temperatura de transição dútil-frágil DBTT, pela remoção de nitrogênio da solução sólida, o que diminui a resistência à movimentação de discordâncias. É um forte desoxidante. Formador de AlN, o qual promove um tamanho de grão ferrítico pequeno.

2.3 Laminação controlada em aços ARBL

O processo de laminação controlada é uma ferramenta utilizada para melhorar as propriedades dos aços ARBL laminados a quente, através da qual é possível atingir níveis iguais ou maiores que os aços altamente ligados ou tratados termicamente. O objetivo principal desse processo é fornecer ao material de alta resistência mecânica, alta tenacidade em baixa temperatura e menor carbono equivalente. O anterior é atingido, principalmente, através do refino da estrutura austenítica e, portanto, refino dos grãos de ferrita. Nesse processo, a deformação pode ser feita nas regiões austenítica, bifásica, ou na região ferrítica. Nessa base, diversos estudos têm proposto três etapas no processo de laminação controlada [20]:

- a) Deformação na região de austenita recristalizada, onde grãos grosseiros de austenita são refinados por recristalização e deformação repetitiva, mas são transformados em ferrita relativamente grosseira.
- b) Deformação na região de não-recristalização, onde são formadas bandas de deformação na austenita alongada e não recristalizada. A ferrita nucleia nessas bandas e nos limites de grão, resultando em grãos finos de ferrita.
- c) Deformação na região bifásica austenita-ferrita, onde é produzia a deformação da austenita e da ferrita, o que produz uma subestrutura.

Durante o processo de resfriamento posterior, a austenita não recristalizada transformará em grãos de ferrita equiaxiais, enquanto a ferrita deformada muda para subgraõs. Essas etapas são mostradas na Figura 23.



Figura 23. Esquema que mostra as três etapas do processo de laminação controlada, e a mudança da microestrutura em cada etapa [20].

A temperatura de deformação na região austenítica, também pode ser dividida em três faixas, no que diz à transformação austenita-ferrita [18]:

- Faixa 1: deformação acima de 1000 °C. Provoca engrossamento da estrutura, com grãos de austenita recristalizados que são transformados posteriormente em grãos relativamente grosseiros de ferrita e bainita.
- Faixa 2: deformação em temperaturas intermediárias (1000 900C).
 Provoca refino da austenita por recristalização repetitiva, o que fornece estrutura fina de ferrita.
- Faixa 3: deformação abaixo da temperatura de recristalização. Provoca uma estrutura austenitica "trabalhada a quente", que é posteriormente transformada numa estrutura fina de ferrita.

Segundo essa divisão, o refino de grão na laminação controlada é atingido por deformação nas faixas 2 e 3.



Figura 24. Esquema que representa os processos durante a laminação controlada de aços C-Mn-Nb, segundo [34].

Uma outra análise tem sido proposta para o processo de laminação controlada [34] como é mostrado na Figura 24, onde a faixa 1 apresentada na Figura 23, corresponde à deformação na região de recristalização rápida, e a faixa 2 corresponde ao retardo necessário para assegurar uma quantidade de deformação suficiente na etapa seguinte. A etapa 3 corresponde à deformação final na região de não recristalização.

De acordo com outra investigação [35], existem dois tipos de modos de transformação austenita-ferrita durante a laminação controlada. O primeiro tipo corresponde à transformação a partir da austenita recristalizada, na qual a nucleação da ferrita ocorre exclusivamente nos limites de grão da austenita. Por exemplo, é possível dividir este tipo de transformação em dois formas (1A e 1B), que são equivalentes às faixas 1 e 2 respectivamente, descritas acima. O segundo tipo corresponde à transformação a partir de austenita não recristalizada, onde a nucleação da ferrita ocorre tanto no interior dos grãos de austenita, como nos limites de grão, o que resulta num refino de grão da ferrita. Nesse estudo a estrutura de grão mais fino foi obtida através do segundo tipo de transformação, seguido pelo tipo 1B e 1A. No entanto, a estrutura de grão ferrítica é mais homogênea para o tipo 1B. Um resumo desse trabalho é mostrado na Figura 25.



Figura 25. Diagrama dos tipos de transformação austenita – ferrita, para aços laminados a quente [35].

A estrutura da ferrita final está determinada tanto pelo tamanho de grão da austenita recristalizada antes da deformação na região de não-recristalização, como pela quantidade de deformação nessa região [36]. Por exemplo, se o tamanho da austenita recristalizada é muito grande, é difícil eliminar a formação de bainita superior (ainda com altas deformações). Caso contrário, se o tamanho de grão da austenita é pequeno, a formação de bainita superior é eliminada e, portanto, é facilitada a formação de ferrita de grão fino.

2.3.2 Deformação na região de recristalização

No que diz à recristalização, o comportamento é divido em três regiões: recuperação, recristalização parcial e recristalização. A região de recristalização, a sua vez, é dividida em dinâmica e estática. Tem sido reportado que é quase impossível produzir refino de grão através do processo de recristalização dinâmica durante a laminação, portanto o refino é atingido principalmente através da recristalização estática.

A deformação na região de recristalização parcial produz uma mistura de grãos recristalizados e recuperados. Se aquela redução, por passe de laminação, supera a recristalização parcial, é obtida uma microestrutura uniforme e refinada. A deformação na região de recuperação produz localmente grãos grosseiros, produto da migração do contorno de grão induzida pela deformação, que posteriormente irão transformar em bainita superior ou ferrita grosseira, produzindo baixa tenacidade, enquanto que a maioria dos grãos permanece sem mudança de tamanho, liberando energia armazenada por recuperação [20].

2.3.3 Deformação na região de não-recristalização

Para obter refino de grão, a deformação na região de não-recristalização deve ser feita posteriormente á redução na região de recristalização. No caso de aços ao carbono, a recristalização é mais difícil em baixas temperaturas da região austenítica (perto da temperatura A_3) [20].

O principal efeito da deformação na região de não-recristalização é o aumento dos potenciais sítios de nucleação da ferrita associados com a formação de bandas de deformação no interior dos grãos alongados de austenita. O anterior representa uma grande diferencia entre a laminação convencional e laminação controlada, uma vez que no primeiro caso a nucleação acontece exclusivamente nos limites de grão austeníticos, enquanto que no segundo caso a nucleação acontece tanto nos limites de grão como no interior deles. Ou seja, durante a deformação nesta região, os grãos iniciais de austenita são divididos pelas bandas de deformação formadas, produzindo mai sites de nucleação [37].

Baseado no descrito anteriormente, para obter uma matriz ferrítica de grãos finos durante o processo de laminação controlada, é necessário um tamanho de grão pequeno da austenita inicial junto com a criação de bandas de deformação durante o processo na região de não-recristalização. Adicionalmente, para que a microestrutura final seja homogênea, o procedimento seria produzir inicialmente uma microestrutura austenítica fina e homogênea (recristalizada), a qual posteiormente é deformada na região de não-recristalização.

2.3.4 Deformação na região bifásica

A limitação da redução do tamanho de grão austenítico atingido durante a laminação na região de não recristalização, pode ser alterada somente através da deformação na região de bifásica. O processamento nessa região produz mudanças no refino de grão, nas propriedades mecânicas e na microestrutura. A Figura 26 apresenta as mudanças de resistência, tenacidade e intensidade da reflexão (200), com a deformação nessa região [20]. Enquanto a deformação aumenta, tanto o limite de escoamento como a resistência mecânica aumentam, mas a temperatura de transição e energia absorvida em Charpy diminuem.

Microestruturalmente, a deformação na região austenítica produz grãos de ferrita equiaxiais com baixa densidade de discordâncias, enquanto que a deformação na região bifásica produz uma mistura de grãos poligonais e subgrãos. Nesse sentido, a austenita deformada transforma-se em ferrita poligonal, e os grãos de ferrita deformada transformam-se em subgrãos.



Figura 26 – Variação da intensidade (200), propriedades em tração e tenacidade *Charpy*, com a quantidade de redução na região bifásica [20].

A deformação nesta região afeta a tenacidade dos aços ARBL de duas formas diferentes: (i) formação de textura cristalográfica e (ii) câmbios microestruturais [37]. A primeira está relacionada com a formação de dois tipos de textura na ferrita. Uma é a componente $<110>\alpha$ paralela à direção de laminação, que causa anisotropia das propriedades mecânicas. A outra componente é a $<001>\alpha$ normal à direção de laminação, que aumeta a susceptibilidade à fratura frágil no sentido da espessura do aço e a ocorrência de delaminações. Esses problemas serão detalhados nas seções 2.4.5 e 2.4.6.

2.3.5 Resfriamento acelerado

O resfriamento acelerado foi utilizado comercialmente por primeira vez em laminação a quente, em *Brinsworth* (U.K), em 1962. Hoje, é virtualmente utilizado em todo tipo de produtos laminados de aço. É empregado normalmente depois da laminação a quente, no entanto, existem casos onde é utilizado entre passes para diminuir a temperatura de deformação. Algumas vantagens da utilização do resfriamento acelerado em produtos planos são:

- Aumento da resistência mecânica sem diminuição da tenacidade, em aços de alta resistência,
- Aumento da conformabilidade,
- Melhoria da soldabilidade de produtos planos, sem sacrifício das propriedades do metal de base.

O resfriamento acelerado de chapas de aço produz um grande refinamento de grão da ferrita, um maior endurecimento por precipitação e um endurecimento adicional devido à bainita formada e dispersa na matriz da ferrita [38]. Em alguns trabalhos essa fase é chamada ferrita acicular ou bainita granular [39], entretanto neste trabalho, para facilitar a leitura, será chamada só de bainita.

Em geral, a microestrutura ferrita/bainita formada no processo de TMCP substitui à microestrutura ferrita/perlita obtida pelo processo convencional (por exemplo, normalização), proporcionando uma maior tenacidade à fratura. Isto é, um condicionamento apropriado da austenita, combinado com o resfriamento acelerado no processo de laminação, resulta em melhorias significativas nas propriedades dos produtos planos de aço.

Durante o processo de laminação a quente nos processos TMCP, a natureza e a quantidade de fases presentes para uma dada taxa de resfriamento podem ser estudadas com base no

diagrama de resfriamento contínuo CCT. A Figura 27 apresenta o diagrama CCT de um aço ARBL, onde T_A representa certa velocidade de resfriamento (ao ar), resultando em uma microestrutura de ferrita/perlita. Se a velocidade de resfriamento aumenta de T_A para T_B , dois fenômenos ocorrem:

- A percentagem de ferrita e perlita diminui, enquanto a porcentagem de bainita aumenta;
- Todas as microestruturas apresentarão grãos mais finos.

Quando a velocidade de resfriamento está entre T_B e T_C , a microestrutura do aço será ferrítica-bainítica. Finalmente, para velocidades superiores a T_C , a microestrutura resultante será totalmente bainítica.

A combinação de laminação controlada e resfriamento acelerado, permite obter aços com limite de escoamento de aproximadamente 600 MPa para uma espessura de chapa de 14 mm, mantendo uma boa tenacidade à fratura. Essas propriedades não seriam possíveis a partir de aços com estrutura ferrita/perlita, obtidos pelos processos convencionais (por exemplo, normalização) [38].

Além do diagrama CCT, devem-se avaliar os conceitos de nucleação e crescimento de reações controladas por difusão, além da temperatura de transformação da austenita. Hoje, a microestrutura dos aços ARBL processados por TMCP é controlada pela transformação da austenita durante o resfriamento, e ela exige um estudo dos processos de recuperação, recristalização e crescimento de grão, bem como os elementos de liga em solução no momento da transformação (composição química da austenita) [38].



Figura 27 – Diagrama CCT de um aço V-N, em que são sobrepostos distintos perfis de resfriamentos.

Como exemplo, na Tabela 5, é apresentada a composição química de um aço HSLA cujo diagrama CTT é mostrado na Figura 28. Com base em este exemplo, concluiu-se que [39]:

- A uma velocidade de resfriamento intermediária é formada ferrita com grãos equiaxiais e bainita (com cristais de 1 μm de espessura), a partir da decomposição da austenita.
- Uma alta temperatura de transformação da austenita e uma baixa velocidade de resfriamento produzem ferrita com grãos equiaxiais ou ferrita de Widmanstatten.

Tabela 5 - Composição química do aço ARBL estudado em [39].

С	Mn	Cu	Ni	Cr	Мо	Si	Nb	Al	Р	S
0,06	1,45	1,25	0,97	0,72	0,42	0,35	0,04	0,032	0,012	0,002



Figura 28 – Diagrama CCT do aço ARBL de baixo carbono, estudado em [39].



Figura 29 – Micrografia do aço ARBL resfriado: Esquerda, a alta velocidade (37,5 °C/s). Direita, baixa velocidade (0,7 °C/s).

A Figura 30 [38] apresenta os efeitos do resfriamento acelerado no aumento da resistência e a tenacidade à fratura em chapas de aço.



Figura 30 – Correlação entre limite de escoamento e temperatura de transição para um aço Mn-Nb-Ti, processado por TMCP [38].

A Figura 31 mostra a curva de resfriamento do processo TMCP utilizado pela Usiminas no laminador de chapas grossas, onde são mostradas as microestruturas esperadas depois do processamento (ferrita e bainita nesse caso). Na figura é possível identificar qualitativamente as temperaturas e tempos de interesse, onde t_{TR} é o tempo de transferência, T_{IR} é a temperatura de inicio do resfriamento, T_{FR} é a temperatura final do resfriamento e C_R , a pendente da curva, é a taxa de resfriamento.



Figura 31 – Curva de resfriamento do processo TMCP utilizado pela Usiminas [6].

No entanto, devido ao tipo de processamento e à menor quantidade de carbono equivalente, os aços processados por TMCP apresentam, em geral, maiores tensões residuais em comparação com os normalizados. Durante a soldagem são mais sensíveis ao amolecimento da ZTA (característica dos aços TMCP), pelo elevado aporte térmico utilizado na solda. Como foi mencionado na seção anterior, as propriedades dos aços ARBL tais como resistência, ductilidade (ou conformabilidade), tenacidade à fratura e soldabilidade dependem da microestrutura final, que a sua vez depende da distribuição das fases presentes. Em geral, nos aços processados por TMCP, a microestrutura final dependerá da taxa de resfriamento e da temperatura de transformação austenítica.

Os parâmetros mais importantes no resfriamento acelerado são a velocidade de resfriamento e a temperatura de inicio do resfriamento acelerado. Em geral, a microestrutura de um aço ARBL com baixa velocidade de resfriamento estará constituída principalmente por ferrita poligonal (aproximadamente 90% em volume). Com o aumento da taxa de resfriamento, a quantidade de ferrita poligonal diminui e a quantidade de bainita formada, e possível micro constituinte martensita-austenita (MA) aumenta. Isto ocorre devido à rejeição do carbono durante a formação de ferrita, o qual difunde para a austenita remanescente aumentando sua concentração. Para altas taxas de resfriamento, o pouco tempo disponível para a difusão dominará a transformação e a quantidade de austenita de alto carbono disponível para uma transformação de fase por cisalhamento (sem difusão) será maior.

O efeito do processo de resfriamento acelerado nas propriedades mecânicas de um aço ARBL de baixo carbono, tais como microdureza (*Vickers*), resistência à tração, limite de escoamento e elongação total é dominado pela microestrutura final do aço, produto desse resfriamento. Para baixas taxas de resfriamento (menores a 1 K/s) as propriedades mencionadas serão baixas pela presença dominante de ferrita poligonal. Para taxas intermédias entre 1,4 e 20 K/s, as propriedades mecânicas aumentarão (com a exceção da elongação) produto da presença de ferrita poligonal, bainita granular, bainita e constituinte MA. Para altas taxas de resfriamento (maiores a 20 K/s), as propriedades estarão dominadas pela presença de martensita na microestrutura [40].

Finalmente, tem sido estudado que para este tipo de aço, a velocidade de resfriamento tem maior influência nas propriedades que a temperatura inicial do resfriamento acelerado.

2.4 Textura cristalográfica

A orientação cristalográfica refere-se à forma em que os planos atômicos, no volume de um cristal, são posicionados em relação a uma referência fixa. Cada grão da microestrutura no aço tem uma orientação cristalográfica diferente. Se essa orientação está concentrada em uma ou várias orientações em particular, diz-se que o aço tem textura, isto é, apresenta uma orientação cristalográfica que não é aleatória [41]. A textura não depende da forma dos grãos e não pode ser inferida a partir, por exemplo, dos grãos alongados produto do processo de laminação controlada.

Nos aços existem muitas propriedades físicas, mecânicas e químicas que dependem da textura cristalográfica, mesmo numa ordem de 20% até 50% do valor da propriedade de interesse, tais como o módulo de elasticidade, resistência mecânica, resiliência, ductilidade, tenacidade, condutividade elétrica, magnetismo, expansão térmica, resistência à corrosão, etc. Na Figura 32 é apresentado, como exemplo, o módulo de elasticidade em monocristais de Fe em função da direção cristalina. Observa-se que o valor típico do módulo de elasticidade E (210 GPa) corresponde ao valor avaliado em um material isotrópico (livre de textura). Na prática isso é muito diferente e a propriedade depende da direção na qual seja medida [42]. No caso particular do processamento do aço por laminação controlada, as propriedades mecânicas finais da chapa não estarão condicionadas somente pelo tamanho de grão ou pela presença de solutos e precipitados, mas também pela textura cristalográfica do material.



Figura 32 - Módulo de elasticidade para um monocristal de Fe em função da direção do cristal [42].

2.4.1 Figuras de polo

A figura de polo é uma das ferramentas mais utilizadas para representar a textura cristalográfica de um policristal. Corresponde a uma projeção estereográfica que representa a distribuição de polos, ou normais, de um determinado plano (*hkl*), utilizando eixos da amostra como referência. No caso de aços laminados, esses eixos de referência correspondem à direção de laminação (DL), direção normal (DN) e direção transversal (DT). Na Figura 33 é representada a forma de obtenção de uma projeção estereográfica. No caso de aços laminados corresponde a uma projeção de pontos de uma superfície hemisférica da esfera de referência em um plano paralelo ao plano DL – DT. O ponto focal da projeção estereográfica é normalmente definido ao longo da direção DN [43].



Figura 33 - Construção de uma projeção estereográfica.

A obtenção das figuras de polo por difração de raios X é baseada na lei de *Bragg* para reflexão, para planos atômicos da rede cristalina. A amostra é posicionada coincidindo os eixos de laminação com o sistema de coordenadas da projeção estereográfica, projetando as direções e planos cristalográficos dos cristais segundo as orientações preferenciais [42].

Em aplicações práticas, a orientação cristalográfica é determinada rodando sistematicamente a amostra em um goniômetro de textura, para ângulos definidos, favorecendo a condição de reflexão nos planos de rede. As intensidades refletidas são

registradas como função dos ângulos de rotação. Existem duas configurações geométricas de goniômetros de textura que fornecem figuras de polo completas: geometria de transmissão e geometria de reflexão. A Figura 34 apresenta essas duas configurações. Os ângulos θ , φ , $\chi \in \omega$, estão diretamente relacionados com os ângulos α (radial) e β (azimutal) das figuras de polo. Atualmente, utiliza-se somente o método de reflexão (*Schultz*), no qual a amostra é inclinada de 0° a 70° sendo os 20° restantes da projeção estereográfica inferidos por métodos numéricos.



Figura 34 - Configurações geométricas dos goniômetros de textura. (a) Geometria de transmissão e (b) geometria de reflexão.

Na obtenção das figuras de polo para aços com grãos relativamente finos, os polos de uma mesma forma dos diferentes grãos se superpõem e a visualização dos polos e texturas é muito difícil. Portanto, são utilizadas linhas de iso-intensidade ou linhas de contorno que conectam pontos contíguos da mesma densidade de polo. Normalmente, a convenção utilizada para representar a intensidade é a unidade de medida "m.r.d" de orientação, na qual a figura de polo de uma amostra estandardizada com textura ao azar será de "x1" em todos os pontos. Este tipo de figura é chamado figura de polo direta, sendo apresentada na Figura 35. A figura representa uma projeção estereográfica da distribuição espacial das normais a certo plano (hkl), na qual cada valor representa a intensidade desses planos, considerando como unidade de medida a densidade de planos de uma amostra sem textura. No entanto, os valores das linhas de contorno não necessariamente estão linearmente espaçados e algumas vezes é mais útil utilizar progressões logarítmicas.



Figura 35 - Figura de polo direta (200) de um aço 0,06%C, 2,5%Mn [44].

Outra forma de representação das orientações preferenciais são as figuras de polo inversas, a qual indica a distribuição das normais a muitos planos cristalográficos (*hkl*) diferentes, em relação a uma direção geométrica importante da amostra, por exemplo, o eixo de trefilação de um arame ou extrusão. Um exemplo disso é apresentado na Figura 36 que corresponde à figura de polo inversa do eixo de extrusão do Titânio, desenhada com linhas de contorno, no triângulo hexagonal padrão formado pelos eixos (0001), (1120) e (1010). Essa figura de polo inversa mostra claramente uma concentração dos eixos de extrusão, nas vizinhanças do (1010), ou seja, as normais ao plano basal são perpendiculares ao eixo de extrusão, que é um tipo de textura comum em materiais hexagonais na extrusão [42].



Figura 36 - Figura de polo inversa de Ti processado por extrusão [42].

De forma geral, as componentes de textura de uma chapa são representadas pela notação $\{hkl\} < uvw>$, onde $\{hkl\}$ representa um plano paralelo à superfície da chapa e <uvw> representa uma direção pertencente ao plano $\{hkl\}$, paralela à direção de laminação.

2.4.2 Funções de distribuição de orientação (FDO)

As figuras de polo como ferramenta para a descrição da textura, apesar de úteis, fornecem informação incompleta e semi-quantitativa [52]. Só no caso de texturas muito simples com poucas orientações (como monocristais, Alumínio recristalizado ou Cobre), as figuras de polo fornecem uma informação quantitativa completa de textura, sem ambiguidades.

Uma descrição mais completa da textura pode ser obtida com a função de distribuição de orientações (FDO), que é definida como a função de densidade de probabilidade de orientação, a qual especifica a frequência de ocorrência de determinadas orientações {hkl}<uvw> em um espaço tridimensional chamado espaço de *Euler*, definido por três ângulos que formam um conjunto de três rotações aplicadas a cada cristal para tornar seus eixos coincidentes com os eixos da amostra. Existem varias notações diferentes para expressar os ângulos de *Euler*, sendo as mais comuns a notação de *Bunge* (apresentada na Figura 37) e a notação de *Roe*.



Figura 37 - Ângulos de *Euler* com notação de *Bunge* (ϕ_1 , Φ , ϕ_2), descrevendo a rotação entre os eixos do cristal e os eixos da amostra para o caso de uma chapa laminada.

O sistema de notação de *Roe* utiliza os ângulos ψ , $\theta e \phi$. Baseado na figura anterior, os ângulos dos sistemas de *Bunge* e *Roe* estão relacionados pelas seguintes equações:

- $\varphi_1 = \psi + \pi/2$
- $\Phi = \theta$
- $\varphi_2 = \Phi \pi/2$

A textura é definida pela fração volumétrica de grãos com orientação g, como função dos ângulos de *Euler*. É considerado um volume de microestrutura V_i consistente de grãos icom diferentes orientações. Os grãos com orientação similar g, dentro de uma faixa de orientação dg, são apresentados com o mesmo tom de cinza na Figura 38. A FDO f(g) é definida, para a notação de Bunge, como [42]:

$$\frac{dV}{V} = f(g) \, dg, \text{ onde } dg = \frac{1}{8\pi^2} \, sen\Phi \, d\varphi_1 \, d\Phi \, d\varphi_2, \text{ e } \oint f(g) \, dg = 1$$
Equação 27

onde V é o volume e dV é o volume de todos os cristais *i* com orientação *g* no elemento angular dg.



Figura 38 - Representação de uma microestrutura de grãos *i* com volume *V* com diferentes orientações.

A FDO não pode ser medida diretamente por difração de raios X e os dados de entrada para a equação acima são os coeficientes das figuras de polo. A obtenção da FDO é realizada através da chamada "inversão da figura de polo" que envolve cálculos matemáticos complexos sem solução analítica possível. No entanto, na literatura existem distintas aproximações para resolver esse problema, entre os quais estão os métodos de expansão de series e os métodos diretos, que idealizam as condições nas figuras de polo. Um dos algoritmos mais utilizados é o WIMV, que está incluído no *software* popLA (*Los Alamos texture software package*) desenvolvido pelo laboratório Los Alamos nos EUA.

Na Figura 39 é mostrada uma representação bidimensional do espaço de *Euler* utilizando a notação de *Roe*, sendo também apresentadas algumas orientações e fibras comuns para o sistema cúbico. A relação que existe entre a orientação de um grão em uma microestrutura

especifica fornecida em índice de *Miller* {hkl}<uvw> e os ângulos de *Euler*, são mostradas nas seguintes equações:

- \blacktriangleright h= -sen θ cos ϕ
- \triangleright k= sen θ sen φ
- \succ $l = cos\theta$
- \blacktriangleright $u = \cos\psi \cos\theta \cos\phi \sin\psi \sin\phi$
- \blacktriangleright v= cos ψ cos θ sen φ sen ψ cos φ
- \blacktriangleright w= cos ψ sen θ



Figura 39 - Representação bidimensional do espaço de *Eule*r com notação de *Roe* (φ=45°), mostrando algumas componentes comuns.

2.4.3 Formação de textura em aços

As mudanças na estrutura do aço durante a laminação controlada, por exemplo, no refino de grão, tem sido amplamente estudadas [20]. No entanto, como foi descrito anteriormente, as propriedades desses aços não são apenas controladas por fatores como o tamanho de grão ou a presença de solutos ou precipitados, mas também pela textura cristalográfica dos grãos. Em geral, a fase transformada (ferrita, ferrita acicular, bainita ou martensita)

apresentará uma textura cristalográfica relacionada com a textura da fase previa (austenita). As relações entre a orientação da ferrita (estrutura bcc) e a austenita (estrutura fcc), apresentadas na Figura 40, são as seguintes [45]:

- Relação de orientação de *Kurdjumov-Sachs* (K.S.): {111}γ // {011}α e <011>γ // <111>α [Figura 40 (b)].
- Relação de orientação de Bain: {001}γ // {001}α e <001>γ // <110>α [Figura 40 (a)].
- Relação de orientação de Nishiyama-Wasserman (N.W.): {111}γ // {011}α e
 <211>γ // <011>α [Figura 40 (c)].



Figura 40 - Representação da relação de orientação entre austenita e ferrita: Bain (a), Kurdjumov-Sachs (b) e (Nishiyama-Wasserman (c) [53].

Em aços laminados a quente, os processos que originam a textura final da ferrita correspondem à deformação e recristalização da austenita e à transformação de fase γ - α . A deformação produz uma textura característica na austenita, enquanto que a recristalização

dinâmica durante a laminação e a recristalização estática entre os passes, provocam mudanças na textura final.

As componentes de textura de transformação mais importantes herdadas da austenita pela ferrita no processo de laminação controlada são apresentadas na Tabela 6. R e Δ R representam a relação de deformação média e a anisotropia planar, respectivamente.

Tabela 6. Principais componentes de textura herdados pela ferrita da austenita em L.C [44]						
Componente	Origem	R	ΔR			
(22 2) <112 m	{110}<112>y	2.7	1,9			
{332}<113>0	γ laminada - componente de bronze	2,1				
(112) <110 ~	{112}<111>γ	1.0	17			
{113}<110>u	γ laminada - componente de cobre	1,0	-1,/			
{100}~011\a	{100}<001>γ	0.4	-0.8			
{100}<011>u	γ recristalizada - componente de cubo	0,4	-0,0			

No entanto, as componentes de textura obtidas por laminação na região ($\gamma+\alpha$) e na região α , podem variar das apresentadas acima. Na Tabela 7 são apresentadas as componentes de textura obtidas pela deformação na região ferrítica e bifásica. Essas texturas modificadas são produzidas pela rotação induzida por deformação da ferrita.

Componente	Posição relativa	R	ΔR
{554}<225>α	Difere da {332}<113>α por rotação de 4° na α em relação à DT//<110>	2,6	1,1
{111}<112>α	Difere da {332}<113>α por rotação de 10° na α em relação à DT//<110>	2,6	0,0
{111}<110>a	Difere da {113}<110>α por rotação de 30° na α em relação à DL//<110>	2,6	0,0
{445}<110>α	Difere da {113}<110>α por rotação de 24° na α em relação à DL//<110>	1,2	-2,0
{112}<110>α	Difere da {113}<110>α por rotação de 10° na α em relação à DL//<110>	2,1	-2,7

Tabela 7. Componentes de textura obtidos da laminação na região (γ+α) e na região α [44]

Estudos indicam que existem orientações individuais desejáveis e indesejáveis para certas propriedades, por exemplo, para boas propriedades de embutimento, resistência e tenacidade, as componentes {332}<113>, {554}<225>, {111}<112> e {111}<110>, são preferíveis. Isto é, para atingir boas propriedades durante a laminação controlada é preciso produzir, por exemplo, uma grande fração de volume de textura {110}<112> na austenita prévia.

Para o estudo da textura em metais BCC, geralmente são medidas as figuras de polo 110, porque apresentam as maiores intensidade de raios X. No entanto, quantificar a textura de um aço a partir da figuras de polo apresenta muita dificuldade e a ambiguidade, pela superposição dos distintos tipos de polos considerados. Por isso são utilizadas as FDO, como foi descrito na seção anterior. As FDO para aços podem apresentar, além de componentes de textura, fibras de orientação características do processo de laminação que aparecem no espaço de *Euler* como linhas retas. As fibras mais importantes são as seguintes [46]:

- Fibra- α : <110>//DL aparece entre as componentes {001}<110> e {111}<110>
- Fibra- γ : {111}//NL, aparece entre as componentes {111}<110> e {111}<112>
- Fibra- η : <001>//DL, aparece entre as componentes {100}<001> e {110}<001>

2.4.4 Influência dos elementos de liga

À composição química do aço tem grande influência na natureza e intensidade da textura de transformação. Por exemplo, no caso de aços C-Mn, a adição de Nb tem sido investigada. A severidade da textura aumenta com quando o Nb é adicionado ao aço, em uma amplia variedade de temperaturas finais de laminação. A adição de V tem um efeito similar ao Nb. Por exemplo, a textura da austenita em aços ao Nb-V, com temperaturas finais de laminação baixo 800 °C, é muito mais acentuada pela presença de precipitados de NbC e VC que suprimem a recristalização da austenita. No entanto, o mesmo efeito acontece para aços livres de Nb-V que são laminados com temperaturas finais baixo 750 °C, porque a recristalização da austenita neste caso é lenta. Ambos os aços vão ter textura similar, mas o aço livre de Nb-V vai apresentar a orientação {011}<10>. Este exemplo é apresentado na Figura 41.



Figura 41 - Seções φ =45° (*Roe*) para um aço Nb-V (a-d), e outro livre de Nb-V (e-h), para distintas temperaturas finais de laminação: (a) 850°C, (b) 800°C, (c) 750°C, (d) 650°C, (e) 840°C, (f) 800°C, (g) 750°C, (h) 650°C.

Os efeitos da adição de Manganês não estão claros. O Mn como único elemento de liga não tem efeito significativo na textura dos aços laminados. Na presença de Nb, o aumento do teor de Mn produz uma intensificação do componente {332}<113>, no entanto não provoca grandes efeitos na componente {113}<110> (vide Figura 42). O efeito das adições de Ni, Mo e Cr, produz um aumento na intensidade da componente {332}<113>, de forma similar ao efeito do Mn.



Figura 42 - Seções φ=45° de um aço 0,1C-0,4Si-0,05Nb em função ao teor de Mn. (a) 1,28%Mn, (b) 1,78%Mn, (c) 2,06%Mn, (d) 2,48%Mn [44].
2.4.5 Relação entre textura, resistência e tenacidade

Em policristais cúbicos de corpo centrado puros o efeito da anisotropia da sua estrutura nas propriedades mecânicas tais como limite de fluência, resistência à tração ou tenacidade à fratura está diretamente relacionado com sua textura [44]. Nesse sentido, foi estudado teoricamente a anisotropia planar em propriedades mecânicas provocadas por texturas do tipo <100> paralelas à direção de laminação. Na Figura 43 e na Figura 44 está representada a tenacidade como a tensão normal atuando no plano de clivagem $\{100\}$. Como pode ser visto, a direção diagonal à direção de laminação (45°) tem uma resistência baixa y uma alta susceptibilidade à fratura por clivagem. Enquanto que as direções longitudinais e transversais à direção de laminação (0° e 90°) apresentam alta resistência e baixa susceptibilidade à fratura por clivagem.



Figura 43 - Gráfico do limite de escoamento teórico versus o ângulo em referência à DL para varias orientações ideais [47].

Na Figura 43, θ é o ângulo entre a direção do teste e a normal ao plano {100}. A partir dessas figuras, é evidente que a componente {113}<110> é indesejável pois produz grande anisotropia na resistência e na tenacidade, fragilizando o material nos planos orientados 45° no que diz à DL. Por outro lado, a componente {332}<113> provoca anisotropia muito menor na resistência e na tenacidade, fornecendo valores muito mais desejáveis para essas propriedades. Esses resultados mostram que durante a laminação controlada, a resistência e tenacidade podem ser melhoradas controlando o desenvolvimento, e reforçando, a componente de textura {110}<112>, que é responsável pela formação das componentes {332}<113>, {554}<225> e {111}<12> na ferrita final.



Figura 44 - Gráfico $\cos^2\theta$ versus ângulo em referência à DL para varias orientações ideais [53].

Outro exemplo estudado corresponde à Figura 45, na qual é representada a anisotropia planar de um aço laminado com temperatura final tanto na região de não recristalização, como na região (γ + α). No primeiro caso, é desenvolvida uma textura débil com baixa anisotropia, enquanto que no segundo caso é desenvolvido uma anisotropia planar forte devido a uma textura intensa (comportamento semelhante ao apresentado na Figura 43 e Figura 44).



Figura 45 - Anisotropia da resistência e temperatura de transição; com temperatura final de laminação em (a) região de não recristalização, e (b) região bifásica.

2.4.6 Relação entre textura e delaminação

Existem componentes de textura, consideradas menores, que têm influência direta na perda de certas propriedades mecânicas, como é o caso da orientação {100}<011> e sua relação com o processo de delaminação. Tem sido estudado que em aços laminados com temperaturas finais baixas, existe a possibilidade de aparição de *splits* no ligamento remanescente em corpos de prova em fratura, em temperaturas próximas à transição. A principal causa dessa fragilização no sentido da espessura é uma microestrutura com grãos de ferrita com a orientação {100}<011>, ou também chamada de cubo rodado (vide Figura 46) com os planos de clivagem paralelos ao plano de laminação.



Figura 46 - Representação da componente de textura de cubo rodado {100}<110> e sua orientação segundo a direção de laminação.

A componente de textura de cubo rodado é formada na ferrita a partir dos maiores componentes de recristalização da austenita (por exemplo, a componente de textura de cubo {100}<001>), e pode ser intensificada por grandes deformações durante a laminação. Por tanto, a textura de cubo rodado tem duas fontes de origem: a herança de textura da austenita e o desenvolvimento de textura de deformação na ferrita. Pesquisas concluíram que o processo de delaminação é uma fratura por clivagem iniciada por uma trinca em colônias de perlita grosseira ou em inclusões alongadas como MnS [37] [44]. Quando esse ponto de nucleação está circundado por grãos de ferrita com orientação cristalográfica de cubo rodado, a trinca propagará facilmente por essas regiões, provocando a delaminação. Portanto, a componente {100}<011> é considerada como a mais indesejável nos aços por laminação controlada.

3. Materiais e método experimental

3.1 Materiais

O material utilizado foi chapa grossa de aços ARBL grau DH36, fornecidos pela Usiminas. O aço foi subministrado na forma de *blanks* obtidos de chapas com espessuras de 14 e 25 mm. Essas chapas foram produzidas pelas seguintes duas rotas de processamento: laminação a quente convencional seguida de normalização (TMCR), e laminação controlada seguida de resfriamento acelerado (TMCP).

A identificação das amostras é apresentada na Tabela 8 junto com a espessura das chapas, as temperaturas de laminação, o limite de escoamento e o limite de resistência em tração (informações fornecidas pelo fabricante).

Nome do aço	Tipo de laminação	Espessura da chapa (mm)	T° Patamar (°C)	T° Final (°C)	Limite de Escoamento (MPa)	Limite de Resistência (MPa)
CLC14	TMCP	14	880	725	494	553
CLC25	TMCP	25	840	780	424	539
LCN14	TMCR	14	(*)	860	408	539
LCN25	TMCR	25	(*)	850	382	503

Tabela 8. Identificação do material e parâmetros de laminação

(*): não informado pelo fabricante.

A composição química, fornecida pelo fabricante, é apresentada nas Tabelas 9 e 10, enquanto os valores do C_{eq} calculado e do valor máximo permitido para aços estruturais de grau DH36 segundo a norma ASTM A-131M [4][1], são apresentados na Tabela 11:

С	Mn	Si	Р	S	Al	Cu	Nb	V	Ti	Cr	Ni	Mo
0,14	1,08	0,19	0,02	0,002	0,032	0,015	0,012	0,003	0,014	0,024	0,018	0,011

Tabela 10.	Composição	química	do aço l	LCN14 e L	.CN25 (%	em peso)
------------	------------	---------	----------	-----------	----------	----------

С	Mn	Si	Р	S	Al	Cu	Nb	v	Ti	Cr	Ni	Mo
0,16	1,35	0,17	0,026	0,007	0,034	0,025	0,035	0,035	0,002	0,036	0,021	0,013

Tipo de aço C_{eq} calculado (%) C_{eq} máximo permitido (%)CLC 14/250,3980,380

0,404

Tabela 11. Requerimento máximo de Carbono equivalente [4] e valor calculado

Os valores de C_{eq} calculados estão acima do valor máximo especificado pela norma ASTM A-131M, o que poderia afetar o comportamento do material posterior ao processo de soldagem, pela presença de microestruturas susceptíveis ao trincamento por hidrogênio na zona ZTA.

3.2 Procedimento experimental

3.2.1 Testes de CTOD

LCN 14/25

A determinação da tenacidade à fratura (CTOD) dos aços foi realizada segundo a norma BS 7448 parte 1 [10]. A partir de chapas de 14 e 25 milímetros de espessura, foram usinados corpos de prova do tipo flexão em três pontos, com seção retangular Bx2B e com orientação de entalhe T-L, como apresentado na Figura 47.



Figura 47 - Corpo de prova para testes de CTOD

Os corpos de prova foram pré-trincados por fadiga utilizando os parâmetros de carregamento apresentados na Tabela 12.

Amostra	B/W/a (mm)	F _{max} (kN)	F _{min} (kN)	R	Amplitude (kN)
CLC14	13,1 / 26,2 / 11,5	6,87	0,68	0,1	3,09
CLC25	24,8 / 50,7 / 23,0	21,61	2,16	0,1	9,72
LCN14	13,1 / 26,2 / 11,5	6,22	0,62	0,1	2,79
LCN25	24,8 / 50,7 / 23,0	19,86	1,98	0,1	8,93

Tabela 12. Parâmetros de pré-trincamento por fadiga (dados medidos experimentalmente).

Os testes de CTOD a -20 e -40°C foram realizados em uma máquina servo-hidráulica INSTRON modelo 1332 sob controle de deslocamento. Para atingir as temperaturas de teste foi utilizado um banho de álcool refrigerado mediante gelo seco, no qual o corpo de prova foi submerso. A temperatura foi controlada através de dois termopares, sendo mantida em uma faixa de temperatura nominal ± 2 °C (vide Figura 48).

Posteriormente aos testes de CTOD, os corpos de prova foram submersos em nitrogênio liquido e fraturados com o objetivo de separar as suas metades para análise das superfícies de fratura.



Figura 48 - Máquina servo-hidráulica INSTRON 1332. Á direita um detalhe do corpo de prova submerso no banho de álcool durante os testes.

3.2.2 Avaliação do conteúdo de inclusões

A natureza, tamanho e forma das inclusões têm um efeito importante na nucleação de delaminações, uma vez que inclusões alongadas do tipo sulfeto (MnS) atuam como concentradores de tensões no interior do material na presença de tensões aplicadas.

Para a avaliação do conteúdo de inclusões foi realizado um estudo quantitativo através de microscopia óptica e análise de imagem (número por unidade de área e fração de volume) [19]. Foram analisados 50 campos visuais com aumento de 100X de duas amostras para cada aço estudado, ao longo da direção de laminação. A superfície total analisada foi de 48 mm² para cada amostra (vide Figura 49). As faixas de definição dos tamanhos de inclusões foram: 0-10 (µm), 10-30 (µm) e maiores que 30 (µm), segundo a norma ASTM E-45 [48]. A medição do tamanho foi feita considerando a dimensão de maior tamanho da inclusão. A análise qualitativa da composição química das inclusões foi feita por microscopia eletrônica de varredura e análise por EDS.



Figura 49 - Plano da chapa analisado para o estudo de inclusões

3.2.3 Medição do tamanho de grão

A medição do tamanho de grão ferrítico foi realizada segundo a norma ASTM E-1382 [49]. Amostras foram polidas e atacadas quimicamente com Nital 2%. Posteriormente, foram analisados seis campos visuais de medição para cada amostra, com um aumento de 200X, utilizando o *software* disponível no microscópio para a análise das imagens (*Metallographica* versão 2.0.1143).

3.2.4 Medidas da microdureza

Medidas de microdureza foram obtidas na mesma superfície indicada na Figura 49 para o estudo de inclusões. Foi utilizado um microdurômetro *Vickers* marca INDETEC *Zwick/Roell* com indentador piramidal de diamante. As indentações foram realizadas com carga de 100 gf por um tempo de 15 segundos. Indentações de fases isoladas foram feitas desde a borda superior até a borda inferior da chapa, em amostras polidas e atacadas com Nital 2%.

3.2.5 Análise microestrutural

Para a identificação dos constituintes microestruturais, foram analisadas superfícies ao longo da direção de laminação e ao longo da espessura da chapa, além da analise mais detalhada das regiões do *splits*. As amostras foram lixadas com lixas de granulometria 320, 400 e 600, e polidas com pasta de diamante de 6, 3 e 1 µm. Após lixamento e polimento foi feito o ataque químico da superfície com Nital 2%. As amostras foram analisadas por microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura.

3.2.6 Análise da textura cristalográfica

A análise de textura cristalográfica foi realizada por difração de raios-X. Para isso, foram obtidas amostras de seção quadrada de aproximadamente 400 mm² e 8 mm de altura. As amostras foram polidas com paste de diamante de 6, 3 e 1 μ m e posteriormente foram removidas as tensões residuais superficiais originadas no polimento, mergulhando as amostras numa solução de ácido fluorídrico por 15 segundos. A superfície irradiada foi a metade da espessura do corpo de prova segundo a Figura 50, considerando sempre a direção de laminação (seta branca na figura). As análises foram realizadas no Instituto Militar de Engenharia IME, utilizando um difratómetro modelo *X'pert Texture* da *Philips*. Os parâmetros utilizados são apresentados na Tabela 13, enquanto os planos de reflexão medidos foram (110), (200) e (211).

Ânodo tubo	Voltagem	Corrente	Filtro	Espessura do filtro	Distancia do
de raios X	(kV)	(mA)		(mm)	<i>slit</i> (mm)
Co	40	45	Fe	0,016	220

Tabela 13. Parâmetros da analise de textura por difração de raios X.

Os dados fornecidos pelo difratometro *X'pert Texture* da *Philips* foram armazenados em arquivos com extensão *.xrdml, o qual é um formato utilizado exclusivamente pelo software *X'Pert Texture* da *Panalytical*. Por outro lado, o software *popLA* [50] (utilizado neste trabalho) requer arquivos de entrada de extensão *.raw. A transformação desses arquivos (*.xrdml para *.raw) foi realizada mediante o uso do *Phillips Conversion Package*. Através do *popLA* foram obtidas as figuras de polo completas para os três planos de reflexão (110), (200) e (211) e, posteriormente, foram calculadas as FDO pelo método de harmônicos esféricos em coordenadas de *Roe*, com oito seções correspondentes aos ângulos $\varphi=0^\circ$; 18,4°; 26,6°; 33,7°; 45°; 58,3°; 63,4° e 71,6°. O procedimento utilizado com *popLA* é detalhado a seguir:

- a) Compilação dos dados com extensão *.raw e *.epf: os dados coletados pelo difratômetro foram corrigidos pelas possíveis distorções geométricas das amostras planas e pelo ruído do sinal (fluorescência de raios x, *scattering*, etc.).
- b) Rotação das figuras de polo: através de distintas transformações, as figuras de polo foram realinhadas em relação à simetria do processo de laminação (pelos possíveis erros no corte da superfície da amostra ou possíveis erros na montagem da amostra no goniômetro).
- c) Análise por o método de harmônicos esféricos: o *popLA* permitiu o cálculo das FDO através desse método. No primeiro momento foram determinados os coeficientes harmônicos W₁ (com formato binário) para simetria cúbica. Posteriormente, foram calculadas as FDO e os arquivos foram re-normalizados.
- d) Recálculo das figuras de polo: foi realizado utilizando os coeficientes harmônicos calculados acima.
- e) Cálculo das figuras de polo completas: Foi realizado utilizando a simétrica intrínseca da amostra analisada.



Figura 50 - Amostras para difração de raios X, com a seta à esquerda indicando a direção de laminação.

4. Resultados e Discussão

4.1 Testes de CTOD

4.1.1 CTOD de aços CLC14 e LCN14 (-20°C e -40°C)

Seis corpos de prova do aço CLC14 e seis do aço LCN14 foram submetidos a testes de tenacidade à fratura na condição como recebidos. Os registros P-CMOD para -20°C são apresentados na Figura 51, enquanto que os registros para -40°C são apresentados na Figura 52.

Os valores de CTOD de carga máxima dos aços LCN (curvas vermelha nos registros) para ambas as temperaturas, assim como as variáveis utilizadas nos cálculos, são apresentados na Tabela 14, onde δ_p e δ_e correspondem às componentes plástica e elástica do CTOD, respectivamente.



Figura 51 - Registros P-CMOD dos aços CLC14 (curva azul) e LCN14 (curva vermelha), para testes a -20°C.





Figura 52 - Registros P-CMOD dos aços CLC14 (curva azul) e LCN14 (curva vermelha), para testes a -40°C.

		c	, I	3		
	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6
T° (°C)	-20	-20	-20	-40	-40	-40
W (mm)	26,22	26,22	26,21	26,21	26,23	26,23
B (mm)	13,17	13,19	13,12	13,12	13,18	13,17
f (a ₀ /W)	2,91	2,81	2,86	2,86	2,80	2,84
V _p (mm)	1,11	1,21	1,27	1,27	1,31	1,44
F _{max} (kN)	12,08	12,94	12,34	12,58	13,05	12,74
$\delta_p(mm)$	0,29	0,32	0,33	0,34	0,35	0,38
$\delta_{e}(mm)$	~ 0	~ 0	~ 0	~ 0	~ 0	~ 0
CTOD (mm)	0,29	0,33	0,34	0,34	0,36	0,39

Tabela 14. Resultados de CTOD de carga máxima para o aço LCN14

O valor médio dos resultados de CTOD a -20 °C foi de 0,32 mm, sendo o desvio padrão de $\pm 0,03$ mm. O valor médio dos resultados de CTOD a -40 °C foi de 0,36 mm, sendo o desvio padrão de $\pm 0,03$ mm. A partir desses dados foi feito um estudo estatístico para verificar se a diferença de temperatura dos testes (20 °C) teve influência significativa nos resultados. Foi utilizado um grau de liberdade de 5% com a hipótese inicial de que as

médias são iguais, onde a fonte de variação foi a temperatura de teste. O valor do fator F (*Fisher-Snedecor*) foi 4,225 enquanto a probabilidade foi calculada em 0,109. Assim, aceita-se a hipótese inicial, isto é, não existe diferença entre as médias de CTOD a -20 °C e -40 °C. Portanto a temperatura não teve influência nesses resultados.

Com pode ser visto nas Figuras 51 e 52 (curvas na cor azul), todos os registros de testes de CTOD em aços por laminação controlada seguida de resfriamento acelerado (CLC14), independentemente da temperatura do teste, apresentaram instabilidades. Após análise das superfícies de fratura desses corpos de prova ficou evidente a presença de *splits* no ligamento remanescente, indicando que a causa das instabilidades nos registros (em todos os casos) foi o fenômeno de delaminação. Imagens dos ligamentos dos corpos de prova apresentando delaminações podem ser observadas na Figura 53.



Figura 53 - Superfícies de fratura dos corpos de prova do aço CLC14 testados a -20°C e -40°C. As setas indicam a presença de *splits*.

A norma de fratura BS 7448 parte 1 considera, no procedimento de calculo de tenacidade CTOD, que a tenacidade à fratura das amostras deve ser calculada e reportada no ponto de instabilidade, independentemente da origem desse fenômeno. Assim, foi realizada uma análise das instabilidades como sugerido pela norma. Os resultados dos cálculos de CTOD nas instabilidades para o aço CLC são apresentados na Tabela 15.

	CP1	CP2	CP3	CP4	CP6	CP8
T °C	-20	-20	-20	-40	-40	-40
f (a ₀ /W)	2,93	3,01	2,99	2,89	3,01	3,00
V _p (mm)	1,85	1,77	2,01	0,24	1,18	2,43
F_{split} (kN)	15,2	14,7	15,1	13,6	15,4	15,7
CTOD (mm)	0,48	0,45	0,51	0,06	0,30	0,62

Tabela 15. Resultados de CTOD de instabilidade para o aço CLC14

Como pode ser observado, as instabilidades por delaminação nos registros a -40°C dos corpos de prova CP4 e CP6 tiveram grande influencia na tenacidade. Por causa das delaminações foi obtido um valor tão baixo quanto 0,06 mm (CP4). O registro para esse teste é apresentado na Figura 54. É evidente que esse valor de tenacidade é devido a que a instabilidade, nesse caso, aconteceu próximo da região elástica do registro P-CMOD.



Figura 54. Registro P-CMOD do CP4 de aço CLC.

4.1.2 CTOD de aços CLC25 e LCN25 (-20°C e -40°C)

Quatro corpos de prova do aço CLC25 e três do aço LCN25 foram submetidos a testes de tenacidade à fratura segundo o procedimento experimental descrito anteriormente. Os registros P-CMOD desses testes, para -20°C e -40°C são apresentados na Figura 55. Como

pode ser visto, nenhum corpo de prova de chapas de 25 mm de espessura, tanto CLC como LCN, apresentou instabilidades do tipo pop-in nos registros. As instabilidades nos registros P-CMOD de dois corpos de prova CLC25 ocorreram pela fratura do corpo de prova e não pela presença de delaminações. Assim, a tenacidade pode ser calculada sem ambiguidades segundo o procedimento da norma BS 7447. Os resultados de CTOD para CPs de 25 mm de espessura nominal são apresentados na Tabela 16.





Figura 55. Registros P-CMOD dos aços CLC25 (cor azul) e LCN25 (cor vermelha) para os testes a -20°C e -40°C [54].

Tabela 16.	CTOD dos	aços CLC2	5 e LCN25				
	LCN	LCN	LCN	CLC	CLC	CLC	CLC
	CP3	CP4	CP5	CP1	CP2	CP3	CP5
T °C	-40	-40	-20	-40	-40	-20	-20
f (a ₀ /W)	2,72	2,77	2,87	2,96	3,00	3,02	3,11
V _p (mm)	4,20	4,04	4,17	3,28	1,40	4,59	5,26
F (kN)	45,2	46,1	44,0	49,5	46,6	50,2	48,1
CTOD	1,18	1,11	1,12	0,85	0,36	1,17	1,31

Como pode ser observado, os valores de tenacidade à fratura de corpos de prova de aço CLC que não apresentaram instabilidades são comparáveis aos valores de tenacidade dos aços LCN.

4.2 Avaliação do conteúdo de inclusões

4.2.1 Distribuição do tamanho das inclusões e fração de área

Como foi descrito anteriormente, a quantidade, tamanho e distribuição das inclusões endógenas não metálicas podem ter grande influencia na nucleação de trincas no interior do material, uma vez que podem atuar como concentradores de tensões [56]. A origem das inclusões presentes, como tem sido estudada amplamente, está no processo de lingotamento contínuo. No entanto, o detalhe da origem não será discutido.

Na Figura 56 é apresentado um resumo da distribuição do tamanho de inclusões nos quatro tipos de aços estudados, na condição como recebidos.



Distribução de tamanho de inclusões

Figura 56. Resumo da distribuição de tamanho de inclusões para os aços CLC14, LCN14, CLC25 e LCN25

A tendência é a mesma para todos os aços, apresentando um considerável maior número de inclusões de tamanho menor a 10 µm. Além disso, todas as amostras apresentaram o menor

número para as inclusões de tamanho maior a 30 μ m (mesmo mostrado na Figura 56). Os aços LCN14 e LCN25 têm estatisticamente a mesma distribuição de tamanho de partículas, pois tanto a composição química como o processo são iguais, só diferenciando-se pela espessura da chapa. Os resultados indicam que o aço por laminação controlada seguido de resfriamento acelerado contém menor quantidade de inclusões de tamanho menor que 10 μ m produto da etapa de lingotamento contínuo, no entanto e ao mesmo tempo, contém o maior número de inclusões de tamanho médio e grande (entre 10 e 30 μ m, e maiores que 30 μ m).

Para o processo de laminação a quente convencional seguida por normalização, 78% do total de inclusões são produtos de desoxidação (<10 μ m), enquanto que para o processo por resfriamento acelerado, 66% para o caso do aço CLC14 e 56% no caso do CLC25, correspondem a inclusões menores que 10 μ m. Por outro lado, as inclusões com tamanho maior que 30 μ m, consideradas como prejudiciais pelo grande tamanho, correspondem a 8% do total no caso do processo LCN e entre 10-16% no processo CLC.

Outra fonte de informação importante é a fração de área (expressada como percentagem de área na Figura 57). Nesse sentido, a área das grandes inclusões corresponde a mais de 80% da área total de inclusões no caso do aço LCN14 e a mais de 60% no caso do CLC14. Não existe relação evidente entre o tipo de aço, processo, espessura da chapa e área de inclusões de grande tamanho. No entanto, a importância no caso de propriedades mecânicas como a tenacidade à fratura, está no controle e eliminação de macro-partículas de tamanho maior a 30 µm, pois elas correspondem à maior área de inclusões nesses aços.





Figura 57. Fração de área de inclusões expressadas em percentagem para os quatro tipos de aços estudados (CLC14, LCN14, CLC25 e LCN25)

4.2.2 Medição qualitativa da composição química das inclusões

A composição das inclusões não metálicas tem importante influencia na nucleação de *splits*, uma vez que partículas de MnS alongadas ao longo a direção de laminação, podem atuar como concentradores de tensões.

A análise através de microscopia óptica revelou que a grande maioria das inclusões nos aços LCN e CLC tem forma globular, tamanho pequeno e uniforme e distribuição aleatória. Foram identificadas pouquíssimas inclusões alongadas no sentido da laminação, sendo elas principalmente Al₂O₃ alinhada ou, em muito menor número no caso do aço LCN14, sulfeto de manganês (MnS). Na Figura 58 e Figura 59 são apresentados, como exemplo, campos visuais para cada aço estudado.

A grande maioria das inclusões identificadas corresponde a óxidos primários globulares (Al₂O₃, MnO e FeO principalmente). Também foram identificados óxidos binários (MnO-SiO₂ rodonite, MnO-Al₂O₃ galaxite, CaO-Al₂O₃ aluminato de cálcio e CaO-SiO₂ silicato de cálcio). No entanto, não foram identificados óxidos ternários nem inclusões alongadas do tipo sulfeto de Manganês (a exceção do aço LCN14).



Figura 58. Inclusões apresentadas pelo aço CLC, X100



Figura 59. Inclusões apresentadas pelo aço LCN, X100

A composição química de algumas inclusões presentes foi obtida através de análise EDS. Embora exista uma dificuldade na medição exata da composição química por EDS devido a presença dominante de óxidos, é possível minimizar este problema com o conhecimento exato da composição química do aço e o fato de que não existem outros elementos em concentrações comparáveis [19]. Na Figura 60 e Figura 61 são apresentadas as análises por EDS desses aços.



Figura 60. Composição química por EDS de algumas inclusões no aço CLC14. (A), (B) e (D) aluminato de cálcio (CaO-Al₂O₃), (C) óxido de Fe



Figura 61. Composição química por EDS de algumas inclusões no aço LCN14. (A) óxido de Fe, (B) MnS e (C) Al₂O₃

Em aços acalmados ao alumínio, o cálcio converte as inclusões de alumina sólidas em aluminatos de cálcio líquidas, pois pequenas quantidades de CaO diminuem a temperatura de fusão da alumina, favorecendo a fusão de ambos os óxidos [19]. A maioria das inclusões de CaO-Al₂O₃ identificadas nos aços CLC e LCN tem forma esférica, o que indica um estado liquido das mesmas no aço fundido, mantendo a forma após solidificação (vide Figura 60 a, b e d).

Nos aços LCN foram identificados um numero pequeno de inclusões de MnS alinhadas na direção de laminação (Figura 61, b). Na medida em que o aço solidifica, a solubilidade do enxofre diminui ao valor limite de 0,012% em peso a 988°C. Nessa etapa, os sulfetos insolúveis são segregados e formam sulfetos metálicos com Fe e Mn, sendo este último o mais estável a temperatura ambiente.

4.3 Tamanho de grão da ferrita

A seguir são apresentados os resultados de medição de tamanho de grão da ferrita para os quatro tipos de aço estudados na condição de como recebidos.



Figura 62. Tamanhos de grão para os quatro tipos de aços estudados

O aço CLC14 apresentou um tamanho de grão ASTM 9,8, enquanto que o LCN14 apresentou um tamanho ASTM 9,3. Isso foi produto do refino de grão no processo de

laminação controlada seguida de resfriamento acelerado. Analogamente, o aço CLC25 apresentou menor tamanho de grão (ASTM 10,3) que o aço LCN25 (ASTM 9,8).

4.4 Microdureza

Medições de microdureza HV 0,1 foram feitas na superfície da espessura da chapa e ao longo da espessura, com o objetivo de caracterizar mecanicamente as fases presentes, especialmente no aço CLC14 que apresentou delaminações. Foram feitas 10 medidas nas regiões ferríticas e outras 10 medidas nas regiões de agregados eutetóides.

Na Figura 63 são apresentadas algumas medidas de microdureza feitas ao longo da espessura nos aços por resfriamento acelerado (CLC14 e CLC15). A figura (A) mostra a indentação de um grão de ferrita no aço CLC14 cujo valor de microdureza foi de 110 HV. Para o caso da figura (B), a indentação no agregado eutetoide/ferrita, no mesmo aço, apresentou um valor de 133 HV. No caso do aço CLC25 da figura (C), a ferrita apresenta um valor de 102 HV e o agregado eutetoide/ferrita figura (D) apresentou microdureza de HV 131.



Figura 63 – Medidas de microdureza *Vickers* dos aços CLC14 e CLC25 ao longo da espessura da chapa, 500X.

Na Figura 64 são apresentadas medidas de microdureza feitas ao longo da espessura da chapa no aço CLC14. Foram realizadas 20 medidas na região das bordas (figuras (a), (b) e (c)) e 20 medidas na região central (figuras (d), (e) e (f)) para duas amostras do aço. A dureza media para as bordas foi de 140 \pm 12 HV e para o centro da chapa foi de 124 \pm 18 HV.

A microdureza nas bordas apresenta-se maior devido à maior fração volumétrica de segunda fase alinhada (perlita nesse caso) e à menor distancia entre bandas (isso é discutido em detalhe na seção 4.5.1). No entanto, o centro da chapa pode apresentar fases isoladas de maior dureza, produto de segregação de elementos de liga durante o processo de lingotamento contínuo, como será explicado a seguir.



Figura 64 – Medidas de microdureza nas bordas da chapa (A, B e C) e no centro da chapa (D, E e F) para o aço CLC14, 500X.

4.5 Caracterização microestrutural

4.5.1 Segregação central das chapas

Uma análise macroscópica da região do centro das chapas (metade da espessura) deixou em evidência uma linha de segregação central herdada da etapa de lingotamento contínuo em todos os aços estudados (seta branca na Figura 65).



Figura 65. Macrografia do aço CLC14 com linha de segregação central, Nital 2%.

A segregação central é produzida pelo rejeito da interfase de solidificação de elementos de liga ou impurezas que são mais solúveis no líquido que no sólido (Carbono, Manganês, Enxofre e Fósforo) e que aumentam sua concentração no liquido remanescente. A microestrutura no centro do material possui maior concentração de agregados eutetóides, pois essa região é a última em solidificar no lingotamento contínuo. Nessa região segregada é promovida a formação de microestruturas de natureza frágil tal como o micro constituinte Martensita–Austenita (MA), ou mesmo martensita. A morfologia da zona segregada é mostrada na Figura 66, sendo indicada pelas setas brancas. Na Figura 67 é mostrada com mais detalhe esta região, através de microscopia eletrônica. Nela é possível observar, de cor branca, a presença do microconstituinte MA. Também é evidente a diferencia entre a microestrutura pertlítica do aço e a segregação de elementos de liga.



Figura 66 - Segregação central apresentada pelas chapas, indicada pelas setas brancas



Figura 67 - Micrografia MEV com detalhe da morfologia da segregação central.

Os quatro tipos de aço estudados apresentaram agregados eutetóides continuamente alinhados. Esse bandeamento é produzido pela microsegregação de Manganês durante a solidificação (o teor de Mn nos aços CLC e LCN é de 1,08 e 1,35% respectivamente). Durante a solidificação, esse elemento de liga é rejeitado das primeiras dendritas de ferrita δ , o que resulta em regiões interdendriticas de alto gradiente de teor de Mn. Posteriormente, no processo de laminação, essas regiões ricas em soluto que têm temperatura de transformação $\gamma - \alpha$ mais baixa, são alinhadas na direção da deformação. Finalmente, o Carbono vai se concentrar nessas regiões durante a transformação produzindo a perlita ou bainita alinhada final. Ou seja, perlita ou bainita formam-se em regiões enriquecidas em Manganês. A microestrutura bandeada descrita acima, apresentada

por todos os aços, é mostrada na micrografia tridimensional da Figura 68, onde também é representada com uma linha amarela, a segregação central.



Figura 68 - Micrografía tridimensional representando a microestrutura bandeada apresentada por todos os aços do trabalho, indicando com a linha amarela a segregação.

Além da segregação, a microestrutura alinhada das bordas da chapa foi diferente à microestrutura do centro, como mostrado nas Figuras 69 e 70. No centro foi identificada a presença de maiores concentrações de agregados em relação às bordas, e maior espaçamento entre bandas de segunda fase alinhada. Isso aconteceu em todos os aços estudados.



Figura 69 - Diferença entre a microestrutura bandeada no centro das chapas e nas bordas, amostras de aço CLC, 200X.



Figura 70 - Diferença entre a microestrutura bandeada no centro da chapa e na borda, amostras de aço LCN, 200X.

4.5.2 Microestrutura do aço CLC14

O aço por laminação controlada e resfriamento acelerado de 14 mm de espessura, apresentou microestrutura ferrítica proeutetóide equiaxial com segunda fase de perlita lamelar fina devido ao processo de resfriamento acelerado, embora também foram identificadas pequenas colônias de perlita lamelar grosseira. Na Figura 71 é apresentada uma micrografia panorâmica da microestrutura na metade da espessura da chapa (correspondente também à metade da espessura do corpo de prova), que apresenta a distribuição da perlita na matriz ferrítica.



Figura 71 - Microestrutura do aço CLC14 (amostra 8) da superfície através da espessura, Nital 2%, 500X.

Na Figura 72 é apresentada, com mais detalhe, a microestrutura desse aço. Pequenas colônias de perlita grosseira foram identificadas e são indicadas com as setas brancas. Essas colônias estão relacionadas com o fenômeno de delaminação, pois poderiam atuar como pontos de nucleação de *splits* [44]. Também foi identificada a presença de segunda fase nucleada nos contornos de grão da ferrita, que poderiam facilitar o avanço intergranular de trincas por delaminação considerando a segregação no centro das chapas. A superfície analisada na Figura 72 corresponde à metade da espessura, que é a posição mais comum do plano dos *splits*.



Figura 72 - Microestrutura na metade da espessura. Aço CLC14, Nital 2%, 1000X.

Na Figura 73 são apresentadas micrografias por microscópio eletrônico de varredura. Á esquerda são apresentadas, com grande aumento, as colônias de perlita fina predominante na microestrutura, impossíveis de visualizar no microscópio óptico. Á direita na figura é apresentada a segunda fase alinhada com a direção de laminação.



Figura 73 - Esquerda, micrografia MEV X5000 do aço CLC14. Direita, micrografia MEV X1500. Nital 2%.

Com a informação apresentada na Figura 72 e na Figura 73, e a informação bibliográfica disponível, é possível afirmar que as interfases de ferrita y FeC₃ alinhadas ao longo da direção de laminação nas colônias de perlita grosseira, poderiam atuar como ponto de nucleação de trincas no interior do material, uma vez que a presença de inclusões alongadas de MnS foi descartada.

O aço CLC14 apresentou uma microestrutura bandeada adequada para o avance de trincas no plano através da espessura da chapa, apresentando também segregação de C e Mn nos limites de grão ferríticos, que poderia produzir microestruturas de natureza frágil (como o microconstituinte MA mostrado na Figura 67), facilitando o crescimento intergranular dos *splits* nucleados.

4.5.3 Microestrutura do aço CLC25

A microestrutura do aço por laminação controlada e resfriamento acelerado de 25 mm de espessura, foi estudada na superfície através da espessura, no centro da chapa. O aço apresentou matriz ferrítica equiaxial e bainita. Na Figura 74 é mostrada a forma na qual está distribuída a bainita na matriz ferrítica. Nesse caso, a quantidade de segunda fase (bainita) é maior em comparação ao aço CLC14, e a segunda fase apresenta-se fortemente alinhada no sentido da laminação.



Figura 74 - Distribuição da bainita na metade da espessura no aço CLC25. Nital 2%, 200X.

Igualmente ao aço CLC14, e em concordância com a segregação central no mesmo plano da chapa, o aço CLC25 apresentou segregação de segundas fases nos contornos de grão da ferrita, como indicado pela seta branca na Figura 75.

A presença de bainita é explicada em base ao proceso de laminação controlada seguida de resfriamento acelerado. No resfriamento acelerado, à medida que aumenta a velocidade de resfriamento, diminui a quantidade de ferrite e perlita, e aumenta a quantidade de bainita [38]. A diferença entre as segundas fases dos aços CLC14 e CLC25 (perlita e bainita respectivamente) não está de acordo com a bibliografia, uma vez que a chapa mais fina deveria ter maior probabilidade de conter bainita na sua microestrutura. Este fato tem que ser explicado baseado nos parâmetros de laminação, pois tanto a composição química como o tipo de processamento são idênticos. Esses parâmetros (temperaturas, tempos, quantidade de deformação durante a laminação controlada, e detalhes do resfriamento acelerado) não estão disponíveis neste caso, portanto não é possível fazer conclusões ao respeito.

Na Figura 76 é mostrado, por micrografia eletrônica MEV, o detalhe da bainita na metade da espessura da chapa e ao longo da direção de laminação (bandas de bainita alinhadas).

Na Figura 76 é mostrado, por micrografia eletrônica MEV, o detalhe da bainita na metade da espessura da chapa e ao longo a direção de laminação (bandas de bainita alinhadas).



Figura 75 - Microestrutura do aço CLC25 (amostra 1374-5) na direção ao longo da espessura, Nital 2%.



Figura 76 - Imagens MEV da microestrutura do aço CLC25. Nital 2%.

4.5.4 Microestrutura do aço LCN 14

O aço por laminação convencional e normalização de 14 mm de espessura, apresentou microestrutura ferrítica equiaxial de grãos recristalizados, principalmente com segunda fase de perlita lamelar grosseira e só algumas colônias de perlita fina (ao inverso do que o aço CLC14). A microestrutura apresenta-se como típica de um aço ARBL submetido ao processo de laminação a quente e normalização. Na Figura 77 é mostrada a distribuição da perlita na matriz ferrítica.



Figura 77 - Distribuição da segunda fase na metade da espessura, no aço LCN14 (amostra 1710-5), Nital 2%, 200X.

Como foi descrito anteriormente, a microestrutura desse aço apresenta-se com perlita grosseira alinhada no sentido da laminação. O tamanho de grão é maior do que os aços por resfriamento acelerado, como foi descrito na seção 4.3. Na Figura 79 é apresentado o detalhe das colônias de perlita fina que não são visíveis no microscópio ótico.



Figura 78 - Microestrutura na metade da espessura, no aço LCN14. Nital 2%, 1000X.



Figura 79 – Imagens MEV da perlita fina no aço LCN14.

4.5.5 Microestrutura do aço LCN25

O aço por laminação convencional e normalização, de 25 mm de espessura, também apresentou microestrutura ferrítica equiaxial recristalizada, com segunda fase de perlita lamelar grosseira (microestrutura característica de um aço submetido ao processo de

normalização ao igual que o aço LCN14). Na Figura 80 é mostrada a superfície através da espessura com a distribuição da segunda fase na matriz ferrítica. Ao igual que os outros aços estudados, o aço LCN25 apresentou segregação de segunda fase nos contornos de grão da ferrita e perlita alinhada no sentido da laminação.

A microestrutura desse aço apresenta-se como típica do processo de laminação a quente seguida por normalização.



Figura 80 - Micrografia do aço LCN25, 1000X.



Figura 81 - Micrografias da superfície ao longo da espessura, na região central da chapa do aço LCN25, Nital 2%, 1000X.

4.6 Resultados de textura cristalográfica

4.6.1 Figuras de polo

Na Figura 82 são apresentadas as figuras de polo completas para os quatro tipo de aços calculadas a partir dos dados do difratômetro. A partir dessas figuras foram obtidas as FDO para a análise de textura.



Figura 82 - Figuras de polo completas dos planos (110), (200) e (211) para amostras de: (A) LCN14, (B) CLC14, (C) LCN25, (D) CLC25

4.6.2 Resultados de textura dos aços por resfriamento acelerado

A Figura 83 e a Figura 84 apresentam as FDO experimentais para os aços CLC14 e CLC25 respectivamente. O aço CLC14 apresentou níveis de intensidade entre 1 e 7, e o CLC25 apresentou níveis entre 1 e 5. As seções analisadas, em todos os casos, foram as de $\varphi=0^\circ$, $\varphi=26,6^\circ$ ou $\varphi=45^\circ$.


Figura 83 - FDO da amostra CLC14 com notação de Roe.



Figura 84 - FDO da amostra CLC25 com notação de Roe



Figura 85 - Seção φ =26,6° (esquerda) e φ =45° (direita) da amostra CLC14



Figura 86 - Seção $\varphi=0^{\circ}$ (esquerda) e $\varphi=45^{\circ}$ (direita) da amostra CLC25

Na Tabela 17 é apresentado um resumo dos resultados de textura para os aços CLC14 e CLC25 simultaneamente, pois apresentaram quase as mesmas componentes (obtidas a partir da Figura 85 e Figura 86).

Componente de textura observado	Intensidade aço CLC14	Intensidade aço CLC25		
{113}<110>	7,7	5,2		
{211}<011>	5,9	3,6		
{100}<110>	3,9	1,5		
{111}<112>	2,6	3,1		
{332}<113>	2,7	2,2		
{113}<332>	1,2	-		

Tabela 17. Resultados de textura do aço CLC14 e CLC25

Como pode ser visto, os aços CLC pesquisados apresentaram uma forte componente de textura {113}<110>, com um nível máximo de 7,7 no caso do aço CLC14 e nível 5,0 no caso do CLC25, a qual é herdada da componente chamada de cobre {112}<111> da austenita prévia, ou seja, corresponde a uma componente de transformação austenita-ferrita durante o processo de laminação controlada. A grandeza da sua intensidade indica que o aço foi laminado na região bifásica, intensificando essa textura. A componente {113}<110> está relacionada com propriedades mecânicas não desejadas devido à anisotropia que produz na resistência e tenacidade e não é afetada pelas variáveis de laminação nem pela composição química do aço [44]. Além disso, promove um comportamento frágil em aços relacionado com os planos orientados a 45° da direção de laminação.

Com nível de intensidade de 5,9 para o aço CLC14, e 3 no caso do CLC25, é observada a componente de textura {112}<110> que difere da componente {113}<110> por 10° de rotação na ferrita, com referência à direção de laminação. As duas componentes são produto da deformação nas regiões (γ + α) ou (α), no processo de laminação controlada.

Importante para o objetivo deste trabalho é a presença na ferrita da componente de cubo rodado {100}<110> com nível de intensidade de 3,9 no caso do aço CLC14 (que apresentou instabilidades por delaminação durante os testes de fratura), que corresponde a uma componente de transformação austenita-ferrita originada na maior componente de recristalização da austenita previa, ou seja, a componente {110}<001> (também chamada componente de cubo). Tem sido também reportado que deformações severas na região ferrítica produzem uma intensificação da componente {100}<110> [44]. A componente de cubo rodado tem sido relacionada extensamente com o fenômeno de delaminação, uma vez que produz fragilização na direção ao longo da espessura da chapa laminada, devido a que os grãos de ferrita com essa orientação promovem um caminho fácil de avance do *split*.

A componente {111}<112> observada no aço CLC14 com intensidade de 2,6 e no caso do aço CLC25 com intensidade 3, difere da componente {332}<113> (também observada em ambos aços) por rotação de 10° em relação à direção transversal de laminação. As duas componentes são produto da deformação nas regiões (γ + α) ou (α), no processo de laminação controlada.

A predominância de componentes de textura produto da transformação de fase γ - α , em virtude das componentes produzidas a partir da recristalização, sugere que o aço CLC, no

primeiro momento, foi deformado principalmente a temperaturas por embaixo da A_3 (portanto, temperaturas menores da T_{NR}), onde predomina uma microestrutura austenítica. Isso está de acordo com os princípios do processo de laminação controlada.

Os aços CLC14 e CLC25 possuem a mesma composição química, portanto a diferença entre as intensidades de textura podem ser explicada tanto pela diferença nas temperaturas de acabamento no processo de laminação controlada quanto pela espessura da chapa. A intensidade da componente de cubo rodado depende tanto da temperatura de acabamento na laminação controlada quanto da quantidade de deformação na região ferrítica. Quanto mais severa a deformação, mais intensa a textura {100}<110>. Pela informação fornecida pelo fabricante, o aço CLC14 foi submetido a uma temperatura final de 725°C (menor do que os 780°C do aço CLC25). Enquanto menor a temperatura final de laminação, maior a intensidade de alguns componentes de textura. Além disso, uma menor espessura da chapa produz uma intensificação da deformação da ferrita durante a etapa final da laminação na metade da espessura, que foi o plano de medição da textura. Isso explicaria o fato de que os aços apresentaram idênticos componentes de textura cristalográfica, mas o aço CLC14 apresentou maior intensidade de textura em todas suas componentes.

4.6.3 Resultados de textura dos aços por normalização

A Figura 87 e a Figura 88 apresentam as FDO para as amostras LCN14 e LCN 25. As duas apresentaram níveis de intensidade entre 0,5 e 2,5. As seções analisadas, em todos os casos, foram as $\varphi=0^{\circ}$ e $\varphi=45^{\circ}$.



Figura 87 - FDO da amostra LCN14 com notação de Roe



Figura 88 - FDO da amostra LCN25 com notação de Roe.



Figura 89 - Seção $\varphi=0^{\circ}$ (esquerda) e $\varphi=45^{\circ}$ (direita) da amostra LCN14



Figura 90 - Seção $\varphi=0^{\circ}$ (esquerda) e $\varphi=45^{\circ}$ (direita) da amostra LCN25

Na Tabela 18 é apresentado um resumo dos resultados de textura para os aços LCN14 e LCN15, que apresentaram os mesmos componentes de textura (obtidos a partir da Figura 89 e Figura 90).

radeia 16. Resultados de textura do aço LCIV14				
Componente de textura	Intensidade aço LCN14	Intensidade aço LCN25		
Fibra <221> // DN	2,1-2,4	2,1-2,3		
{223}<131>	2,2	2,2		
{203}<302>	1,2	1,2		
{203}<100>	1,2	1,2		
{106}<651>(*)	1,1	1,2		
{100}<0 10 11>(*)	1,2	1,3		

Tabela 18. Resultados de textura do aço LCN14

(*) Componentes de textura muito próximas ao cubo rodado {100}<110>

Em geral, os aços LCN mostram níveis de intensidade em textura muito menores do que os aços CLC, independentemente das componentes analisadas. Isso pode ser explicado pela diferencia no processo de laminação a quente e posterior normalização, que difere da laminação controlada dos aços CLC, em relação às características microestruturais e o acondicionamento da austenita ou ferrita nas diferentes etapas da deformação.

A componente de textura predominante nesses casos foi a fibra <221> paralela ao sentido normal de laminação, com intensidade máxima de 2,4. Essa fibra tem maior intensidade (quando comparada às outras) de planos (122) paralelos ao plano da chapa. Além disso, esse plano difere em 15° do plano (111), podendo considerar-se uma variante dessa componente. Essa fibra corresponde a uma textura típica nos processos de laminação a quente convencionais e sua formação é produto de recristalização (ou seja, não é produto da transformação como o caso dos aços CLC) [55]. As componentes relevantes dessa fibra correspondem ao {-221}<-1-10>, {-221}<-2-32>, {-221}<1-22>, {-221}<-0-12>, como é possível visualizar na Figura 89 e Figura 90.

Outras componentes, com baixas intensidades, foram as $\{106\}<651>$ e $\{100\}<0$ 10 11>, com intensidade entre 1,1 e 1,2. Essas são próximas ao cubo rodado $\{100\}<110>$ e podem ser consideradas como tais.

Com base no processo de laminação a quente e posterior normalização, a textura cristalográfica apresenta-se com muito menor intensidade e com as componentes esperáveis produto da recristalização da ferrita, situação muito diferente ao caso dos aços CLC.

4.6.4 Formação da textura de cubo rodado {100}<110> no aço CLC14

Por ser uma componente de textura diretamente relacionada com o fenômeno de delaminação, sua presença foi estudada em detalhe.

Como foi descrito, a formação da componente de textura {100}<110> durante o processo de laminação controlada depende do acondicionamento da austenita previa, das condições microestruturais do aço durante a deformação que, a sua vez, dependem das temperaturas A_3 e T_{NR} (temperatura de transformação e temperatura de não-recristalização da austenita, respectivamente). A componente de cubo rodado tem sua origem na componente de cubo {100}<001>, que é uma componente de recristalização da austenita. Por tanto, a textura {100}<110> no aço CLC foi formada a partir da austenita recristalizada e, posteriormente,

foi intensificada pela deformação da ferrita na região bifásica (em baixas temperaturas, com a maior parte da ferrita já transformada). Quando a temperatura final de laminação diminui, dentro da faixa de não-recristalização da austenita, existe um aumento na severidade da textura de transformação. Portanto, a presença dessa componente de textura depende das temperaturas finais de processo de laminação controlada.

As temperaturas mencionadas acima dependem da composição química do aço e podem ser calculadas, no caso do aço CLC14, como é mostrado a seguir (vide Tabela 19 com os resultados) [57]:

 $A_{3}(^{\circ}C) = 910 - 310(^{\circ}C) - 80(^{\circ}Mn) - 20(^{\circ}Cu) - 15(^{\circ}Cr) - 55(^{\circ}Ni) - 80(^{\circ}Mo) + 0,35(t - 8)$

Equação 28

 $T_{NR} (^{\circ}C) = 887 + 464(\%C) + [64455(\%Nb)644(\%Nb)1/2] + [732(\%V)230(\%V)1/2] + ...$...+ 890(%Ti) + 363(%Al) 357(%Si) Equação 29

onde t é a espessura da chapa em milímetros.

Temperaturas calculadas		Temperaturas fornecidas	
T° A ₃ (°C)	T°_{NR} (°C)	T° patamar (°C)	T° acabamento (°C)
780	918	880	725

Tabela 19. Temperaturas calculadas y fornecidas para aço CLC14

A informação da Tabela 19 indica que o aço foi laminado na região de recristalização da austenita, entre $T^{\circ}_{5\% e} T^{\circ}_{95\%}$ (temperaturas limites da recristalização, ou seja, embaixo da $T^{\circ}_{5\%}$ não ocorre recristalização) baseado na T° de patamar, e a temperatura de acabamento fornecida está na faixa inferior da região bifásica, na qual a maioria da ferrita tem sido transformada. Portanto, grande quantidade de ferrita foi laminada nas etapas finais do processo, produzindo a intensificação das componentes de textura cristalográfica, em particular a $\{100\}<110>$, produto da transformação de fase.

4.7 Análise dos splits

Nas fractografías da Figura 91 são apresentadas as distintas morfologias dos *splits* na superfície de fratura dos corpos de prova CLC14 (indicados pelas setas brancas). Todos os *splits* nuclearam e cresceram na metade da espessura da chapa. Os *splits* apresentaram, para os casos analisados, comprimentos entre 1,7 e 5,2 milímetros.



Figura 91 - Macrografías de diferentes morfologias de *splits* apresentados pelos corpos de prova do aço CLC14.

Como foi descrito anteriormente, cada *split* que nucleia e cresce no material produz uma descontinuidade no registro P-CMOD durante o teste. No caso do registro mostrado na Figura 92, o corpo de prova 6 do tipo CLC14 apresentou duas descontinuidades no registro produto da aparição de dois *splits*. Inicialmente houve a nucleação do *split* principal no plano central da chapa, que avançou por 2,7 mm. Posteriormente ouve a nucleação de um *split* secundário, de 0,8 mm de comprimento. No entanto, na maioria dos testes deste trabalho, os corpos de prova apresentaram só um *split* no plano central da espessura da chapa. Isso é mostrado na Figura 93, exemplificando a maioria dos resultados através do corpo de prova 8, que apresentou um *split* de 1,3 mm de comprimento no plano da trinca original.



Figura 92 - Ocorrência de dois splits e seus efeitos no registro P-CMOD (CP-6 do tipo CLC14)



Figura 93 - Ocorrência de um split na região central do CP-8 e seu efeito no registro P-CMOD.

Do ponto de vista das tensões aplicadas durante os testes de fratura, a ocorrência de *splits* é explicada pelo surgimento da tensão σ_Z na direção perpendicular ao plano da chapa (segundo a nomenclatura da Figura 94) originada pela triaxialidade de tensões nas vizinhanças da ponta da trinca. Segundo a bibliografia, o *split* nucleia e cresce na região central da chapa devido a uma conjunção de fatores. Por um lado, a distribuição de tensões mostrada na Figura 94 (esquerda), e por outro, devido a fatores microestruturais como a segregação de impurezas e elementos de liga, a textura cristalográfica preferencial ou a microestrutura bandeada. Esses últimos fatores são produto do processo de lingotamento contínuo ou do processo de laminação controlada. Quando a delaminação acontece durante o teste, a tensão σ_Z cai drasticamente para o zero nas superfícies dos *splits*, resultando finalmente numa condição mais próxima ao estado plano de tensões [13][27][51].



Figura 94 - Distribuição de tensões através do eixo Z, antes da ocorrência do *split* (linha vermelha) e depois do *split* (linha azul) [51].

Diferente do fenômeno de *pop-in* causado por crescimento de trinca no mesmo plano, as descontinuidades nos registros CTOD dos aços CLC14 não implicam um crescimento da trinca do plano principal (isto é, no plano da trinca original). As instabilidades nos registros P-CMOD produto dos *splits* são consequência de uma redistribuição de tensões no ligamento, assim como de um consumo de energia na criação do *split*. Portanto, a diferença desse fenômeno com o *pop-in* por crescimento da trinca no próprio plano é que as instabilidades por delaminação não estão relacionados com a tenacidade do material no plano da trinca principal.

Através do método de tingimento térmico (*heat tinting*) e mediante cortes com disco de precisão, foi possível separar as superfícies de fratura de um dos *splits* no aço CLC14 para uma análise mais detalhada. Na Figura 95 é mostrada uma macrografia da superfície de fratura de um *split*. A superfície escura na imagem corresponde à superfície de fratura do *split* (submetida ao processo de *heat tinting* para sua identificação), a qual apresentou forma aproximadamente semicircular. É possível distinguir também a região de iniciação, crescimento (1,8 mm no caso da figura) e imobilização do *split*.



Figura 95 - Detalhe das superfícies de fratura de um dos *splits* no aço CLC14.

Na Figura 96 são apresentadas micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura da superfície de fratura do *split* analisado. Nelas é claramente visível que a fratura aconteceu de forma frágil, por clivagem. A Figura 96 apresenta em detalhe a região de inicio do *split* e a região de imobilização, indicada pela seta branca.





Figura 96 - Micrografias MEV da superfície de fratura do split.

Do ponto de vista da relação da microestrutura com as delaminações, foi possível identificar microestruturas produto de segregação de elementos de liga no centro da chapa perto da região de inicio do *split* (microconstituinte MA e agregados eutetoides, como foi descrito anteriormente na seção 4.5,1), o que sugere que microestruturas desse tipo participam na nucleação desse tipo de trincas. Ou seja, o lugar de nucleação dos *splits* corresponde ao centro da chapa, que a sua vez, foi a região que apresentou segregação de elementos de liga (vide Figura 97).



Figura 97 - Micrografia MEV aço CLC14, mostrando segregação junto com a perlita alinhada no sentido da laminação, no lugar de inicio do *split*.

Na Figura 98 são apresentadas micrografias por microscopia ótica e de varredura que relacionam o crescimento do *split* e a microestrutura bandeada do aço. Claramente, essas trincas cresceram no sentido da segunda fase alinhada (perlita no caso dos aços CLC14).



Figura 98 - Avanço do *split* na amostra 1457-6 (CLC14) em relação ao sentido da segunda fase alinhada (esquerda). Detalhe da ponta do *split* (imagem de MEV, à direita)

Na Figura 99 são apresentadas micrografias por MEV, as quais mostram que o mecanismo de avance dos *splits* foi misto. O crescimento apresentou regiões de crescimento intergranular (seta branca na Figura 99-A), outras regiões de crescimento transgranular (Figura 99, C e D), e regiões com crescimento através da interfase entre segunda fase alinhada e matriz ferrítica, como é mostrada na Figura 99-B, indicadas pela seta branca. O mecanismo de crescimento predominante foi o transgranular.

De acordo com as análises de textura e as características microestruturais, o mecanismo de crescimento intergranular está associado à segregação significativa que a chapa apresentou durante o processo de lingotamento contínuo. Essa segregação central nos contornos de grão da ferrita está presente no mesmo plano de avanço dos *splits* e está associada a regiões com alto teor de Manganês e Carbono e, por tanto, com a possível presença de microestruturas de frágeis. A segregação de S ou P, neste caso, foi descartada devido aos baixos teores desses elementos na composição química fornecida pelo fabricante.



Figura 99 - Micrografias por MEV da borda de fratura do *split* da amostra 1457-6 mostrando os diferentes tipos de crescimento apresentados.

A delaminação ao longo da interfase ferrita – perlita alinhada tem sido amplamente estudada. Nesse sentido, o aço CLC14 apresenta as condições apropriadas para a ocorrência desse fenômeno.

O mecanismo de avanço transgranular foi identificado como sendo o mecanismo principal e está associado, neste caso em particular, à formação de uma textura cristalográfica desfavorável, com componente {100}<110> e intensidade moderada de 3,9 de um máximo de 7, como descrito nos resultados da análise de textura. Essa componente favorece o avanço da trinca através dos planos de clivagem da ferrita. Embora a textura não seja associada à nucleação do *split* no fenômeno de delaminação, sua influência no crescimento tem sido amplamente estudada. É importante notar que a maior intensidade da componente de cubo rodado foi apresentada pelo aço por resfriamento acelerado CLC14 o qual foi, de fato, o material que apresentou problemas de delaminação durante os testes de CTOD.

A diferença mais importante entre os aços estudados, em relação à ocorrência de *splits*, é a formação de textura cristalográfica preferencial no aço CLC14. Os quatro tipos de aço estudados no trabalho (CLC14, CLC25, LCN14 e LCN25) apresentaram microestrutura bandeada segundo a direção de laminação, segregação central na chapa e regiões com perlita grosseira (com exceção do aço CLC25). Todos esses fatores poderiam atuar como ponto de nucleação de *splits*. Portanto, a textura cristalográfica de cubo rodado formada durante a deformação da ferrita no processo de laminação controlada seguida de resfriamento acelerado se apresenta como a causa mais provável para o fenômeno de delaminação observado.

Do ponto de vista da tenacidade à fratura do aço CLC14, a ocorrência de *splits*, aliada ao tratamento indiscriminado das normas no que diz às instabilidades nos registros P-CMOD, provoca uma grande penalização nos valores de CTOD calculados em alguns dos corpos e prova. Essa penalização é tanto maior quanto mais cedo ocorrer a instabilidade por delaminação durante os testes. Assim sendo, evitar quanto possível a existência desse fenômeno permitirá reportar maiores valores de CTOD do aço CLC, com as consequências tecnológicas associadas. Atualmente é impossível avaliar, segundo as metodologias normalizadas para testes de fratura, o efeito real das delaminações na tenacidade à fratura de aços que apresentam esse comportamento.

5. Conclusões

Baseado nos resultados e discussões apresentadas é possível concluir:

- Todos os aços analisados apresentaram segregação central significativa de Mn e C na metade da espessura da chapa. Os aços LCN apresentaram microestrutura de matriz ferrítica e perlita lamelar grosseira, de acordo ao processo de laminação a quente e normalização. O aço CLC14 apresentou microestrutura de ferrita e perlita lamelar fina, enquanto que o aço CLC25 apresentou matriz ferrítica com bainita. Por outro lado, todos os aços analisados apresentaram microestrutura bandeada com segunda fase alinhada no sentido da laminação.
- Os aços CLC14 e CLC25 apresentaram uma textura cristalográfica muito mais intensa do que os aços LCN14 e LCN25. Essa característica dos aços CLC pode ser explicada pela formação de texturas de transformação e sua intensificação por deformação em temperaturas finais mais baixas, utilizadas no processo de laminação controlada na procura do refino do grão ferrítico. Dentre os aços CLC, o aço de 14 mm de espessura foi o que apresentou a maiores intensidades de textura cristalográfica.
- Em testes de tenacidade à fratura em baixa temperatura, todos os corpos de prova de chapas de 14 mm do aço CLC apresentaram instabilidades nos registros P-CMOD. Em todos os casos essas instabilidades foram provocadas por delaminação (*splitting*) no ligamento remanescente. O mesmo tipo de aço, quando testado em chapas de 25 mm de espessura, não apresentou tal comportamento.
- O aço LCN14 apresentou um CTOD crítico de carga máxima de 0,34 ± 0,03 mm, sem influência estatística da temperatura nos testes. O aço LCN25 apresentou um CTOD crítico de carga máxima de 1,14 ± 0,04 mm, enquanto o aço CLC25 apresentou valores entre 0,85 e 1,31 mm, com dois corpos de prova fraturados antes de atingir a carga máxima.
- No que diz ao aço CLC14, valores de CTOD calculados nas instabilidades apresentaram valores altamente dispersos, entre 0,06 e 0,62 mm. No entanto, a forma dos registros P-CMOD sugere que, na ausência de delaminações, o aço apresentaria tenacidade maior que o aço LCN14.

- Todos os *splits* no aço CLC de 14 mm de espessura nuclearam e cresceram por clivagem, na região central dos corpos de prova. As trincas nuclearam nas interfaces de ferrita/carbetos nas colônias de perlita grosseira na microestrutura do aço CLC14.
- O aço CLC14 apresentou as características apropriadas para a ocorrência de delaminações. A propagação dos *splits* no aço CLC14 foi provocada por uma série fatores microestruturais: segregação central de impurezas nos limites de grão da ferrita, microestrutura bandeada no sentido da laminação e textura {100}<110> (cubo rodado) formada durante a laminação controlada. Dentre esses fatores, a textura apresenta-se como o mais importante, uma vez que permite o crescimento da trinca ao longo dos planos de clivagem da ferrita.

6. Referências

- SINAVAL, "Cenário Mundial da Indústria Naval", Informativo SINAVAL, Brasil, 2011.
- [2] INDA, "Revista Brasileira do Aço", Revista informativa, Rio de Janeiro, Brasil, 2008.
- [3] SINAVAL, "A indústria da construção naval e o desenvolvimento brasileiro", Informativo SINAVAL, Brasil, 2010.
- [4] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, A 131/A 131M -Standard Specification for Structural Steel for Ships, United States, 2001.
- [5] USIMINAS. [s.l.]. Catálogo Sincron. Disponível em: http://www.usiminas.com/irj/go/km/docs/prtl_doc/usiminas/pt/AreasDeNegocios/Siderurgia/CatalogoProdutos/CatalogoSincron.pdf>, Acesso em Nov. 2011.
- USIMINAS. [s.l.]. Processo CLC. Disponível em:
 <http://www.usiminas.com/irj/portal?NavigationTarget=navurl://4a5c5b31322d02a
 506a563f626e90fce>, Acesso em Nov. 2011.
- [7] ANDERSON, T.L., Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications, 2 ed., Florida, CRC Press, 1995.
- [8] BASTIAN F., Mecânica da Fratura, Apostila COPPE/UFRJ.
- [9] JANSSEN, J., ZUIDEMA, J., WANHILL, R.J.H., Fracture Mechanics, 2 ed., New York, Spon Press, 2002.
- [10] BRITISH STANDARD INSTITUTION, BS7448 Fracture Mechanics Toughness Tests Part 1: Method for Determination of K_{IC}, Critical CTOD and Critical J values of Metallic Materials, United kingdom, 1991.
- [11] ZHU, Z., JOYCE, J.A., "Review of Fracture Toughness (G, K, J, CTOD, CTOA) Testing and Standardization", Engineering Fracture Mechanics, v. 85, pp. 1-46, 2012.

- [12] SHIN, S.Y, HONG, S., BAE, J., *et al.* "Separation Phenomenon Occurring During the Charpy Impact Test of API X80 Pipeline Steels", Metallurgical and Materials Transactions A, v. 40A, pp. 2333-2349, 2009.
- [13] JOO, M.S., SUH, D.W., BAE, J.H., *et al.* "Role of Delamination and Crystallography on Anisotropy of Charpy Toughness in API-X80 Steel", Materials Science and Engineering, v. A546, pp. 314-322, 2012.
- [14] SINGH, U.P., BANERJEE, S., "On the Origin of Pop-in Crack Extension", Acta Metall. Mater., v. 39, n. 6, pp. 1073-1084, 1991.
- PISARSKI, H.G., HAMMOND, R., WATT, K., "Significance of Splits and pop-ins Observed During Fracture Toughness Testing of Line Pipe Steel", 7th International Pipeline Conference, IPC2008-64676, Alberta, Canada, September 29-October 3 2008.
- [16] ASM Handbook volume 1, Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys, ASM International, 1990.
- [17] PARK, J, W., KIM, J, S., MOON, I, G., *apud* SHIN, S.Y, HONG, S., BAE, J., *et al.* "Separation Phenomenon Occurring During the Charpy Impact Test of API X80 Pipeline Steels", Metallurgical and Materials Transactions A, v. 40A, pp. 2333-2349, 2009.
- KOZASU, I., SHIMIZU, T., KUBOTA, H., *apud* TANAKA, T., "Controlled Rolling of Steel Plate and Strip", International Metals Reviews, n. 4, pp. 185-212, 1981.
- [19] WU, C.P.P., 2009, Inclusion Characterization in High Strength Low Alloy.M.Sc. dissertation. University of Toronto, Toronto, Canada.
- [20] TANAKA, T., "Controlled Rolling of Steel Plate and Strip", International Metals Reviews, n. 4, pp. 185-212, 1981.
- [21] BRAMFITT, B.L., MARDER, A.R., "A Study of the Delamination Behavior of a Very Low-Carbon Steel", Metallurgical Transactions A., v. 8A, pp. 1263-1273, 1977.
- [22] HARA, T., FUJISHIRO, T., "Effect of Separation on Ductile Crack Propagation Behavior During Drop Weight Tear Test", Proceedings of the 8th International

Pipeline Conference, IPC2010-31166, Alberta, Canada, September 27-October 1, 2010.

- [23] INOUE, T., YIN, F., KIMURA, Y., et al. "Delamination Effect on Impact Properties of Ultrafine-Grained Low-Carbon Steel Processed by Warm Caliber Rolling", Metallurgical and Materials Transactions A, v. 41A, pp. 341-355, 2010.
- [24] KIMURA, Y., INOUE, T., YIN, F., *et al.* "Delamination Toughening of Ultrafine Grain Structure Steels Processed Through Tempforming at Elevated Temperatures", **ISIJ International**, v. 50, pp. 152-161, 2010.
- [25] KIMURA, Y., INOUE, T., YIN., et al. "Inverse Temperature Dependence of Toughness in an Ultrafine Grain-Structure Steel", Science, v. 320, pp. 1057-1060, 2008.
- [26] YANG, W., SHA, W., ZHU, L., *et al.* "Delamination fracture related to tempering in a high-strength low-alloy steel", Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 41A, pp. 159-171, 2010.
- [27] SONG, R., PONGE, D., RAABE, D., "Mechanical Properties of an Ultrafine Grained C-Mn Steel Processed by Warm Deformation and Aneealing", Acta Materialia, v. 53, pp. 4881-4891, 2005.
- [28] RASHID, M.S., "High-Strength, Low-Alloy Steels", Science, v. 208, n. 23, pp. 862-869, 1980.
- [29] VERHOEVEN, J.D., Fundamentals of Physical Metallurgy, 1 ed., United State, John Wiley & Sons, 1975.
- [30] MISHRA, S.K., DAS, S., RANGANATHAN, S., "Precipitation in High Strength Low Alloy (HSLA) Steel: a TEM Study", Materials Science and Engineering, v. A323, pp. 285-292, 2002.
- [31] LE BON, A., ROFES-VERNIS, J., ROSSARD, C., "Recrystallization and Precipitation During Hot Working of a Nb-Bearing HSLA Steel", Metal Science, v. 9, pp. 36-40, 1975.
- [32] PANWAR, S., GOEL, D.B., PANDEY, O.P., *et al.* "Aging of a Copper Bearing HSLA-100 Steel", Bull Mater. Sci., v. 26, n. 4, pp. 441-447, 2003.

- [33] MUJAHID, M., LIS, A.K., GARCIA, C.I., *et al.* "HSLA-100: Influence of Aging Heat Treatment on Microstructure and Properties", JMEPEG, v. 7, pp. 247-257, 1998.
- [34] BAIRD, J. D., PRESTON, R., *apud* TANAKA, T., "Controlled Rolling of Steel Plate and Strip", **International Metals Reviews**, n. 4, pp. 185-212, 1981.
- [35] FUKUDA, M., HASHIMOTO, T., KUNISHIGE, K., *apud* TANAKA, T., "Controlled Rolling of Steel Plate and Strip", International Metals Reviews, n. 4, pp. 185-212, 1981.
- [36] SEKINE, H., MARUYAMA, T., *apud* TANAKA, T., "Controlled Rolling of Steel Plate and Strip", International Metals Reviews, n. 4, pp. 185-212, 1981.
- [37] MAZANEC, K., MAZANCOVA, E., Physical Metallurgy of Thermomechanical Treatment of Structural Steels, 1 ed., United Kingdom, Cambridge International Science publishing, 1997.
- [38] DEARDO, A.J., "Accelerated Cooling: A Physical Metallurgy Perspective", Canadian Metallurgical Quarterly, v. 27, n. 2, pp. 141-154, 1988.
- [39] THOMPSON, S.W., COLVIN D.J., KRAUSS, G., "Continuous Cooling Transformations and Microstructures in a Low-Carbon, High-Strength Low-Alloy Plate Steel", Metallurgical Transactions, v. 21A, pp. 1493-1507, 1990.
- [40] RODRIGUES, P.C.M., PERELOMA, E.V., SANTOS, D.B., "Mechanical Properties of an HSLA Bainitic Steel Subjected to Controlled Rolling with Accelerated Cooling", Materials Science and Engineering, v. A283, pp. 136-143, 2000.
- [41] CULLITY, B.D., Elements of X-ray diffraction, 1 ed., United States, Addison-Wesley Publishing Company Inc., 1956.
- [42] ENGLER, O., RANDLE, V., Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture, and Orientation Mapping, 2 ed., Florida, CRC Press, 2010.
- [43] PADILLA, A.F., SICILIANO, F., Encruamento, Recristalização, Crescimento de Grão e Textura, 3 ed., São Paulo, ABM, 2005.
- [44] RAY, R.K., JONAS, J.J., "Transformation Textures in Steels", International Materials Reviews, v. 35, pp. 1-36, 1990.

- [45] MESPLONT, C., COOMAN, B.C., "Effect of Austenite Deformation on Crystallographic Texture During Transformations in Microalloyed Bainitic Steel", Materials Science and Technology, v. 19, pp. 875-886, 2003.
- [46] HOLSCHER, M., RAABE, D., LUCKE, K., "Rolling and Recrystallization Texture of bcc Steels", Steel Research, v. 62, pp. 567-575, 1991.
- [47] COLEMAN, T., DULIEU, D., GOUCH, A., *apud* TANAKA, T., "Controlled Rolling of Steel Plate and Strip", International Metals Reviews, n. 4, pp. 185-212, 1981.
- [48] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, E45 Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel, United States, 1997.
- [49] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, E1382 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis, United States, 1997.
- [50] Software *popLA*, Los Alamos Neutron Science Center Division, Los Alamos National Laboratory, New Mexico, EUA.
- [51] PEREZ IPIÑA, J., KORIN, I., "Effects of Divider Orientation Splits-out on Fracture Toughness", Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, v. 00, pp. 1-12, 2012.
- [52] RAY, R.K., JONAS, J.J., HOOK, R.E., "Cold Rolling and Annealing Textures in Low Carbon and Extra Low Carbon Steels", International Materials Reviews, v. 39, pp. 129-172, 1994.
- [53] INAGAKI, H., KURIHARA, K., KOZASU, I., *apud* TANAKA, T., "Controlled Rolling of Steel Plate and Strip", International Metals Reviews, n. 4, pp. 185-212, 1981.
- [54] Luiz, M., Castrodeza, E, M., Bastian, F, L., "Avaliação da Tenacidade à Fratura a -20 e a -40°C de aços DH-36", Painel PEMM 2012, Rio de Janeiro, Brasil, 24-26 October 2012.
- [55] YU, H., KANG, Y., ZHAO, Z., *et al.* "Microstructural Characteristics and Texture of hot Strip Low Carbon Steel Produced by Flexible Thin Slab Rolling with Warm Rolling Technology", Materials Characterization, v. 56, pp. 158-164, 2006.

- [56] PRETNAR, B., YEBUAH, R.A.N, "Effect of Nonmetallic Inclusions on Some Ductility Parameters of Hot-Rolled Steel Sheet", Journal of Testing and Evaluation, v. 16, pp. 305-311, 1988.
- [57] SAMPATH, K., "An Understanding of HSLA-65 Plate Steel", Journal of Materials Engineering and Performance", v. 15 (1), pp. 32-40, 2006.