



UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS E METALÚRGICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIAS DE
MATERIAIS

PEDRO HENRIQUE PINHEIRO LIMA

EVOLUÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA DE AÇOS PERLÍTICOS
SUBMETIDOS A DEFORMAÇÕES E TRATAMENTOS TÉRMICOS DISTINTOS

FORTALEZA

2022

PEDRO HENRIQUE PINHEIRO LIMA

**EVOLUÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA DE AÇOS PERLÍTICOS
SUBMETIDOS À DEFORMAÇÕES E TRATAMENTOS TÉRMICOS DISTINTOS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, do Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia de Materiais e Metalúrgica da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para a Obtenção do Título de Mestre em Engenharia de Materiais. Área de Concentração: Processos de Transformação e Degradação dos Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu.

Coorientador: Prof. Dr. Mohammad Masoumi

FORTALEZA – CE

2022

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Federal do Ceará
Biblioteca Universitária

Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

- L71e Lima, Pedro Henrique Pinheiro Lima.
Evolução da textura cristalográfica de aços perlíticos submetidos a deformações e tratamentos térmicos distintos / Pedro Henrique Pinheiro Lima Lima. – 2022.
98 f. : il. color.
- Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2022.
Orientação: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu.
Coorientação: Prof. Dr. Mohammad Masoumi.
1. Textura Cristalográfica. 2. Microestrutura. 3. Resistência Mecânica. 4. Dutos Flexíveis. I. Título.
CDD 620.11
-

PEDRO HENRIQUE PINHEIRO LIMA

**EVOLUÇÃO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA DE AÇOS PERLÍTICOS
SUBMETIDOS À DEFORMAÇÕES E TRATAMENTOS TÉRMICOS DISTINTOS**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, do Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia de Materiais e Metalúrgica da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial para a Obtenção do Título de Mestre em Engenharia de Materiais. Área de Concentração: Processos de Transformação e Degradação dos Materiais.

Aprovada em: 11/02/2022

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu (Orientador)

Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Marcelo José Gomes da Silva

Universidade Federal do Ceará (UFC)

Prof. Dr. Mohammad Masoumi

Universidade Federal do ABC (UFABC)

Prof. Dr. José Adailson de Souza

Centro de Pesquisas, Desenvolvimento e Inovação Leopoldo Américo Miguez de Mello
(CENPES - Petrobras)

A Deus.

A minha família.

A todos que estiveram presentes nesta
obtenção de título.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus, pelas oportunidades das quais fui agraciado.

Agradeço ao LACAM, por me acolher e fornecer apoio durante o trajeto.

Agradeço aos professores pelos ensinamentos e orientações dadas, agradeço principalmente à orientação e apoio do professor Hamilton, cuja grandiosidade e benevolência sempre inspiram a todos.

Agradeço ao professor Mohammad, por acompanhar o andamento de toda a pesquisa, e por suas críticas construtivas e instruções durante todo o trajeto.

Agradeço ao professor Milo, pela disponibilidade, opiniões e disposição para realização de análises.

Agradeço aos meus amigos e colegas do curso de pós-graduação, por me ajudarem a desenvolver este trabalho.

Agradeço aos meus colegas de laboratório do LACAM, pela orientação e ajudas fornecidas.

Agradeço ao grande Rodrigo, pela ajuda na obtenção das micrografias e discussão de resultados. Agradeço ao Jorge, pela ajuda nas análises de difratogramas e textura.

Agradeço ao grande Flavinho, pela orientação e ajuda em tudo que envolvia o LACAM, e pela capacidade de sempre animar o ambiente.

Agradeço à minha família pelo apoio que me foi dado por toda esta caminhada, em especial às minhas tias Sônia, a qual teve papel bastante importante no meu apoio, e Célia, pelo acolhimento. Agradeço especialmente minha prima Izadora.

Agradeço a CNPq e Petrobras, pelo fornecimento de bolsas de fomento.

Agradeço ao laboratório de corrosão, pela disponibilidade da máquina de cortes e microscópios.

Agradeço ao LPTS, pela disponibilidade de serviços.

Agradeço a Central Analítica, pela realização de micrografias e EBSDs.

RESUMO

Devido as necessidades energéticas humanas, as fontes de energia não renováveis vêm sendo cada vez mais exploradas. Para o petróleo, por exemplo, são esgotadas reservas de fácil acesso, sendo necessária a exploração em áreas mais profundas ou remotas, sendo essas terrestres ou marítimas. As tubulações flexíveis marítimas são conhecidas como a linha de vida oceano-petróleo devido à sua alta flexibilidade, aplicabilidade e reciclagem, e sua responsabilidade em conectar plataformas offshore a sistemas de produção submarinos. Estas tubulações são submetidas a diversos modos de tensão, sendo necessária camadas de tração responsáveis pela resistência destas tubulações. Estas camadas de armadura elástica em tubulações flexíveis são construídas pelo invólucro helicoidal paralelo de vários fios retangulares. Pares de camadas, enrolados em direções opostas e com diferentes formas helicoidais são usados para fornecer a força axial necessária, a capacidade de profundidade da água e o equilíbrio de torção. Devido aos modos de tensão complexos aos quais estes fios são submetidos, seus modos de falha são também complexos e em sua maioria são imprevisíveis, sendo necessários métodos de verificação de integridade das tubulações constituídos por sondas e afins. Estes métodos são muito caros para serem mantidos, devido a necessidade de análise constante das tubulações, mantendo a razão de pesquisa no assunto. É de pleno conhecimento a relação entre a resistência mecânica em aços à textura cristalográfica existente, evidenciando a influência das orientações cristalográficas preferenciais na estrutura com a resistência a formação e propagação de trincas. Neste trabalho é investigada a evolução na textura e microestrutura em fios com geometria semelhante aos encontrados em armaduras de dutos flexíveis na aplicação como armadura de tração. Também é analisado o efeito de tratamentos térmicos distintos nestes materiais nestes critérios.

O aço perlítico com 0,74wt%C foi submetido a um procedimento de flexões com a finalidade de assimilar o procedimento de deformações utilizado industrialmente, o qual garante a integridade do fio na bobina com tolerância de defeitos garantida, avaliando a mudança em diferentes etapas do processamento. Também foram feitos tratamentos térmicos de recozimento e patenteamento neste material, com a finalidade de obter mudanças na microestrutura e textura. A evolução microestrutural e de textura foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de raios X (DRX) e difração de elétrons retro espalhados (EBSD). Em seguida, para avaliação das propriedades mecânicas, as amostras foram submetidas ao ensaio por microdureza Vickers (HV). Este trabalho revelou que o procedimento de deformações por flexão ocasiona mudanças estruturais que proporcionam aumento da resistência mecânica do material. As deformações por flexão intensificam as componentes desejáveis de textura em detrimento das componentes indesejáveis. Estas deformações aos quais os materiais foram submetidos proporcionam menor mobilidade de discordâncias, o que ocasiona o aumento da resistência mecânica. Também é observado a pouca mudança na textura e microestrutura. Os tratamentos térmicos de recozimento e patenteamento modificam principalmente a microestrutura do material, e para o caso do patenteamento, a microestrutura, de acordo com a relação Hall-Petch, aumenta a resistência mecânica do material, observado na análise da microdureza do material, enquanto o recozimento proporciona o efeito inverso. O recozimento proporciona ao material grãos com facilidade de deformação, enquanto o patenteamento proporciona o crescimento de grãos com energia interna alta, com mais resistência a deformação. O recozimento aumenta a intensidade de todas as componentes de textura enquanto o patenteamento reduz a intensidade.

Palavras-chave: Textura Cristalográfica, Microestrutura, Resistência Mecânica, Dutos Flexíveis.

ABSTRACT

Due to human energy needs, non-renewable energy sources are being increasingly explored. For oil, for example, easily accessible reserves are depleted, requiring exploration in deeper or more remote areas, whether land or sea. Marine flexible pipelines are known as the ocean-oil lifeline due to their high flexibility, applicability and recycling, and their responsibility for connecting offshore platforms to subsea production systems. These pipes are subjected to different stress modes, requiring tensile layers responsible for the resistance of these pipes. These layers of elastic shielding in flexible pipelines are constructed by the parallel helical casing of several rectangular wires. Pairs of layers, wound in opposite directions and with different helical shapes are used to provide the required axial force, water depth capability and torsional balance. Due to the complex stress modes to which these wires are subjected, their failure modes are also complex and most of them are unpredictable, requiring methods of verifying the integrity of pipes made up of probes and the like. These methods are very expensive to maintain, due to the need for constant analysis of the pipelines, keeping the research reason on the subject. The relationship between the mechanical strength of steels and the existing crystallographic texture is well known, evidencing the influence of the preferred crystallographic orientations in the structure with the resistance to crack formation and propagation. In this work, we investigate the evolution in texture, microstructure, and mechanical properties in wires with similar geometry to those found in flexible pipe armor in the application as tensile armor. The effect of different heat treatments on these materials on the mechanical properties and on the crystallographic texture is also analyzed.

The pearlitic steel with 0.74wt%C was submitted to a bending procedure to assimilate the deformation procedure used industrially, which guarantees the integrity of the wire in the coil with guaranteed defect tolerance, evaluating the change in different stages of the process. processing. Annealing and patenting heat treatments were also carried out on this material, to obtain changes in microstructure and texture. The microstructural and texture evolution was characterized by scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD) and backscattered electron diffraction (EBSD). Then, to evaluate the mechanical properties, the samples were submitted to the Vickers microhardness test (HV). This work revealed that the flexural deformation procedure causes structural changes that provide an increase in the mechanical strength of the material. Bending strains intensify desirable texture components at the expense of undesirable components. These deformations to which the materials were subjected provide less mobility of dislocations, which causes an increase in mechanical strength. Little change in texture and microstructure is also observed. The heat treatments of annealing and patenting mainly modify the microstructure of the material, and in the case of patenting, the microstructure, according to the Hall-Petch relationship, increases the mechanical strength of the material, observed in the analysis of the microhardness of the material, while the Annealing provides the opposite effect. Annealing gives the material grains with ease of deformation, while patenting provides grain growth with high internal energy, with more resistance to deformation. Annealing increases the intensity of all texture components while patenting reduces the intensity.

Keywords: Crystallographic Texture, Microstructure, Mechanical Strength, Flexible Pipes.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Risers em campo de extração marítimo (indicados pela seta vermelha).	17
Figura 2: Estrutura típica de um duto flexível.....	18
Figura 3: Processo de rebobinagem dos fios.	19
Figura 4: Processo esquemático de envolvimento dos fios de armadura na tubulação.....	19
Figura 5: Processo de envolvimento dos fios de armadura na tubulação.....	20
Figura 6: Análise de tensões residuais nas amostras de aço perlítico para aplicação de armadura de dutos flexíveis.	21
Figura 7: Esquema representativo das tensões sofridas pelos fios de tração durante a aplicação como armadura de tração de tubulações flexíveis.	34
Figura 8: Procedimento realizado para obtenção dos dados.	35
Figura 9: Micrografias das amostras de aço perlítico (0.74wt%C): a) NT ; b) 1P ; c) 5P ; d) T	36
Figura 10: Distribuição de cementita esferoidizada nas microestruturas dos materiais analisados.	37
Figura 11: Distribuição da espessura das lamelas de cementita nas microestruturas dos materiais analisados.....	38
Figura 12: Difratomogramas das amostras analisadas.	40
Figura 13: Microdeformação e Densidade de discordâncias das amostras obtidas pelo refino do difratograma (método de Ungár).	42
Figura 14: Microdureza das amostras analisadas.	44
Figura 15: Texturas das amostras NT (I) e T (II).....	45
Figura 16: Texturas durante o procedimento de flexões. Da esquerda para direita, na primeira fileira 1P até 3P . Da esquerda para direita, segunda fileira: 4P e 5P	46
Figura 17: Componentes de textura comuns em estruturas CCC.....	46
Figura 18: Desenvolvimento das fibras principais ao longo de $\phi 1$ (Surface Plan).	47
Figura 19: Texturas Center plan das amostras NT (I) e T (II).	49
Figura 20: Texturas Center plan das amostras durante o procedimento de flexões. Da esquerda para direita, na primeira fileira: 1P até 3P. Da esquerda para direita, segunda fileira: 4P e 5P.	50
Figura 21: Desenvolvimento das fibras principais ao longo de $\phi 1$ (Center Plan).....	51

Figura 22: Mapas de orientação das amostras na direção Normal (ND), mapas Kernel Average Misorientation (KAM) de terceira ordem das amostras analisadas e análise de fases: I) NT ; II) 5P ; III) T ; Escala de orientações (I), escala do KAM (II), escala do fator de Taylor (III).	53
Figura 23: Distribuição do KAM de terceira ordem das amostras analisadas.	56
Figura 24: Valores de distribuição dos fatores de Taylor.	57
Figura 25: Tipos de contornos de grão apresentados na análise por EBSD.	59
Figura 26: Procedimento realizado para obtenção dos dados.	63
Figura 27: Esquemas representativos dos tratamentos térmicos realizados.	64
Figura 28: Diagrama TTA (Time, Temperature, Austenitization) do material de estudo.	65
Figura 29: Diagrama TTT (Time, Temperatura, Transformation) do material do estudo.	66
Figura 30: Micrografias das amostras de aço perlítico (0.74wt%C): a) Amostra NT ; b) Amostra REC ; c) Amostra ISO	67
Figura 31: Tamanho de partículas e espessura das lamelas das amostras como recebida (NT) e tratadas termicamente (REC e ISO).	68
Figura 32: Representação esquemática do modelo proposto por Tian.	69
Figura 33: Difratogramas das amostras analisadas.	71
Figura 34: Microdeformação e Densidade de discordâncias das amostras obtidas pelo refino do difratograma (método de Ungár).	72
Figura 35: Microdureza das amostras como recebida (NT), após o tratamento recozimento subcrítico (REC) e após o tratamento isotérmico (ISO).	74
Figura 36: Textura das amostras: I) NT ; II) REC ; III) ISO	76
Figura 37: Componentes de textura comuns em estruturas CCC.	77
Figura 38: Desenvolvimento das fibras principais ao longo de ϕ_1	77
Figura 39: Mapas de orientação (OIM) das amostras na direção Normal (ND), mapas Kernel Average Misorientation (KAM) de terceira ordem das amostras analisadas e mapas de Fator de Taylor: a) NT ; b) REC ; c) ISO ; d) Escala de orientações (I), escala do KAM (II), escala do Fator de Taylor (III).	81
Figura 40: Tipos de contornos de grão apresentados na análise por EBSD.	83
Figura 41: Distribuição do KAM de terceira ordem das amostras analisadas.	84
Figura 42: Valores de distribuição dos fatores de Taylor.	85
Figura 43: Mapas de fração de recristalização das amostras analisadas: I) NT ; II) REC ; III) ISO	86
Figura 44: Análise quantitativa dos grãos.	86
Figura 45: Mapa de fases das amostras analisadas: I) NT ; II) REC ; III) ISO	88

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Composição química (wt%) do material de estudo.....	35
Tabela 2: Parâmetros de rede obtidos da análise de DRX.....	41
Tabela 3: Parâmetros obtidos com o refino da análise por DRX – Densidade de discordâncias (δ) e Microdeformação (ϵ).....	42
Tabela 4: Microdureza das amostras analisadas.....	44
Tabela 5: Parâmetros de rede obtidos da análise de DRX.....	72
Tabela 6: Parâmetros obtidos com o refino da análise por DRX – Densidade de discordâncias (δ) e Microdeformação (ϵ).....	73
Tabela 7: Microdureza das amostras analisadas.....	74

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
1.1 Referencial literário	16
<i>1.1.1 Tipos de tubulações utilizadas</i>	<i>16</i>
<i>1.1.2 Fios trefilados e tratamentos térmicos.....</i>	<i>21</i>
<i>1.1.3 Kernel Average Misorientation (KAM) e Fator de Taylor no estudo da prevenção de falhas.....</i>	<i>24</i>
1.2 Motivação de estudo	26
1.3 Objetivos da dissertação.....	27
<i>1.3.1 Objetivos gerais.....</i>	<i>27</i>
<i>1.3.2 Objetivos específicos.....</i>	<i>27</i>
1.4 Organização dos tópicos	28
2 METODOLOGIA.....	29
2.1 Análise química	29
2.2 Caracterização microestrutural	29
2.3 Difração de raios X	29
2.4 Microdureza	31
2.5 Electron Backscatter Diffraction (EBSD).....	31
3 DETERMINAÇÃO DOS EFEITOS DE DEFORMAÇÕES POR FLEXÃO NA MICROESTRUTURA E TEXTURA DE UM AÇO PERLÍTICO COM 0,74WT% C ..	32
3.1 Procedimento experimental	32
3.2 Resultados.....	35
<i>3.2.1 Análise química, caracterização estrutural e microestrutural</i>	<i>35</i>
<i>3.2.2 Análise da microdureza.....</i>	<i>43</i>
<i>3.2.3 Análise da macrotextura</i>	<i>44</i>
<i>3.2.4 Análises por EBSD.....</i>	<i>52</i>
3.3 Conclusões parciais do capítulo.....	60

4 DETERMINAÇÃO DOS EFEITOS DE TRATAMENTOS TÉRMICOS DE RECOZIMENTO E TRATAMENTO ISOTÉRMICO NA MICROESTRUTURA E TEXTURA DE UM AÇO PERLÍTICO COM 0,74WT% C.....	62
4.1 Procedimento experimental	62
4.2 Resultados.....	66
<i>4.2.1 Caracterização estrutural e microestrutural</i>	<i>66</i>
<i>4.2.2 Análise da microdureza.....</i>	<i>74</i>
<i>4.2.3 Análise da macrotextura</i>	<i>75</i>
<i>4.2.4 Análises por EBSD.....</i>	<i>79</i>
5 CONCLUSÕES GERAIS	90
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	91
REFERÊNCIAS	92

1 INTRODUÇÃO

Este capítulo brevemente introduz as tecnologias aplicadas na recuperação do petróleo bruto, falhas comuns e o objetivo da dissertação.

1.1 Referencial literário

Nesta seção está apresentado o referencial literário dos assuntos abordados neste estudo.

1.1.1 Tipos de tubulações utilizadas

Para se adaptar às condições marítimas adversas, as operações em águas profundas exigem cada vez mais equipamentos de grande escala e alto desempenho. (LIU; LI; JIN, 2018) *Jumpers* são tubulações curtas, que conectam os equipamentos no campo petrolífero. Podem ser caracterizados como PLET (*Pipeline End Termination* – interligação entre tubulações rígidas e flexíveis, ou entre uma tubulação e um equipamento submarino) e PLEM (*Pipeline End Manifold*), os quais são instalados na extremidade de um trecho de duto, permitindo sua interligação com outros trechos de tubulações. (E. TZIMAS, A. GEORGAKAKI, 2005)

- *Jumpers* estão sempre fixos nos locais onde se encontram, então considera-se que estão constantemente sob cargas estáticas. Umbilicais são tubulações para controle eletrônico ou hidráulico no fundo do mar, como válvulas, bombas, compressores e *manifolds*.
- *Flowlines* são tubulações mais longas pré-fabricadas, as quais são fixas no leito marinho. Assim como os *jumpers*, estão submetidos a cargas estáticas, por estarem fixadas em locais específicos.
- *Risers* (Dutos flexíveis) são tubulações que estão sujeitas a ondas, correntes marítimas e a movimentação dos sistemas aos quais se conectam. Elas são tubulações que podem estar inclinadas ou quase verticais. Existem os dutos flexíveis e os não-flexíveis. São tubulações que devem possuir bastante resistência.

Os dutos flexíveis estão submetidos a vários modos complexos de tensão, como: compressão, devido à pressão submarina; tração e flexão, devido às movimentações das correntes submarinas e tensões residuais proeminentes da fabricação. As tubulações de dutos

flexíveis podem ser classificadas como flexíveis, não flexíveis, ligadas ou não ligadas. Devido aos modos complexos de tensão, fabricação e afins, é preferível o uso de tubulações flexíveis não ligadas. Tubulações não flexíveis não possuem tanta resistência às tensões submetidas pelas correntes marítimas, enquanto as tubulações ligadas são mais caras, comparadas a tubulações não ligadas. (VANTADORI; CARPINTERI; ITURRIOZ, 2019)

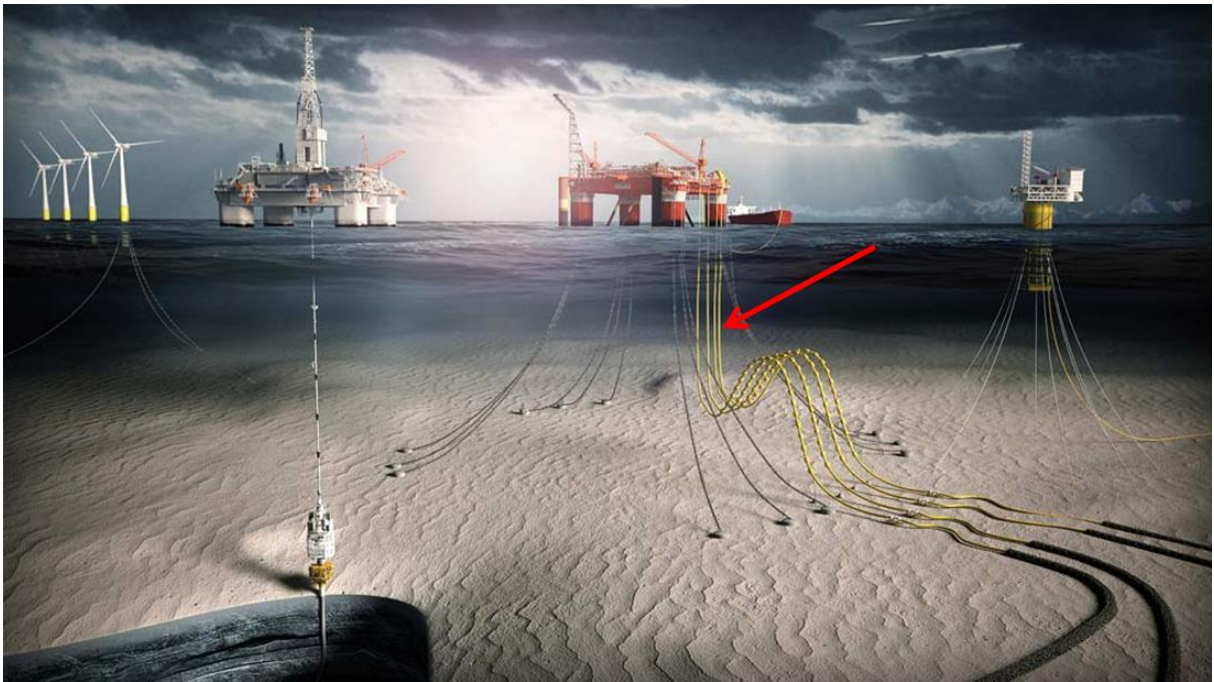


Figura 1: Risers em campo de extração marítimo (indicados pela seta vermelha).

Fonte: (NGUYEN; AL-SAFRAN, 2021)

Assim, as tubulações com armadura metálica estão se tornando uma escolha popular de material para aplicação nos dutos flexíveis. As tubulações com armadura metálica tem inúmeras vantagens sobre as tubulações puramente metálicas e rígidas, como alta resistência, baixa condutividade térmica, flexibilidade e resistência à corrosão. Assim, têm sido amplamente aplicados em estruturas marítimas. Estas tubulações flexíveis marítimas são conhecidos como a linha de vida oceano-petróleo devido à sua alta flexibilidade, aplicabilidade e reciclagem, e sua responsabilidade em conectar plataformas offshore a sistemas de produção submarinos. Em geral, as tubulações flexíveis são classificados como ligadas ou não. As tendências da indústria sugerem que tubulações flexíveis são uma tecnologia de alto impacto que aproveitará o uso comum em um futuro próximo. (HASAN et al., 2018; LI; VAZ; CUSTÓDIO, 2019)

As tubulações flexíveis marítimas não ligadas são compostos por estruturas independentes de várias camadas, projetadas para resistir a diferentes tipos de cargas e proteção

contra corrosão. Eles têm uma camada de carcaça e uma camada de armadura de pressão para suportar cargas radiais, uma bainha de pressão interna para fornecer um ambiente vedado, duas camadas de armadura de tração para fornecer rigidez axial, uma bainha externa para resistir a danos externos e camadas antidesgaste entre as duas camadas metálicas.(LI; VAZ; CUSTÓDIO, 2019) A estrutura típica de uma tubulação flexível não ligado é mostrada na Figura 2.

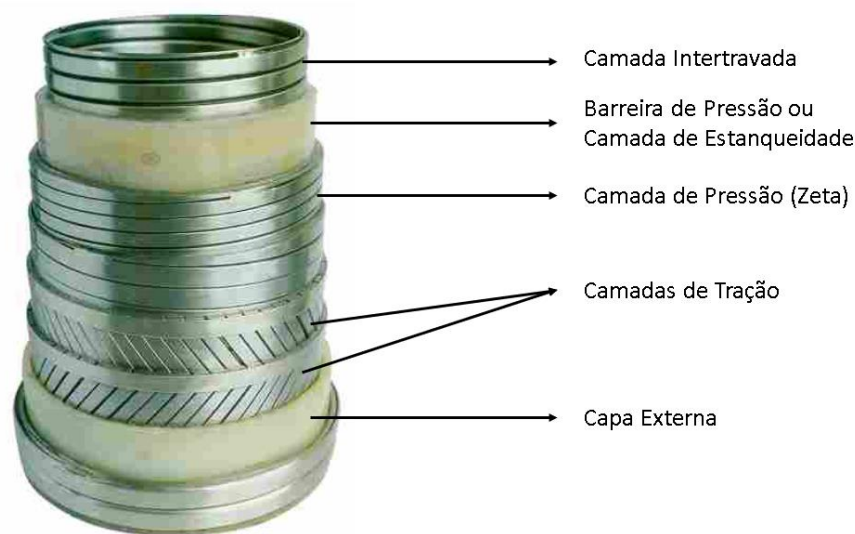


Figura 2: Estrutura típica de um duto flexível.

Fonte: Autor

À medida que a profundidade do oceano aumenta, a camada de armadura de tração é mais necessária para resistir a cargas mais complexas.(PHAM et al., 2016)Para uma tubulação flexível típica com armadura metálica, a camada de armadura inclui vários fios de aço em espiral que correm em direções específicas e em certos ângulos, tornando interessantes os modos de falha. Combinada com as cargas complexas aplicadas a tubulação flexível, a pesquisa sobre o comportamento mecânico da camada de armadura é um tópico quente que suscitou muitos resultados importantes. (TANG et al., 2019)

Camadas de armadura elástica em tubulações flexíveis não ligados são construídas pelo invólucro helicoidal paralelo de vários fios retangulares. Pares de camadas, enrolados em direções opostas e com diferentes formas helicoidais são usados para fornecer a força axial necessária, a capacidade de profundidade da água e o equilíbrio de torção. (FERNANDO et al., 2017) Um esquema da montagem dos fios está representado nas figuras a seguir:

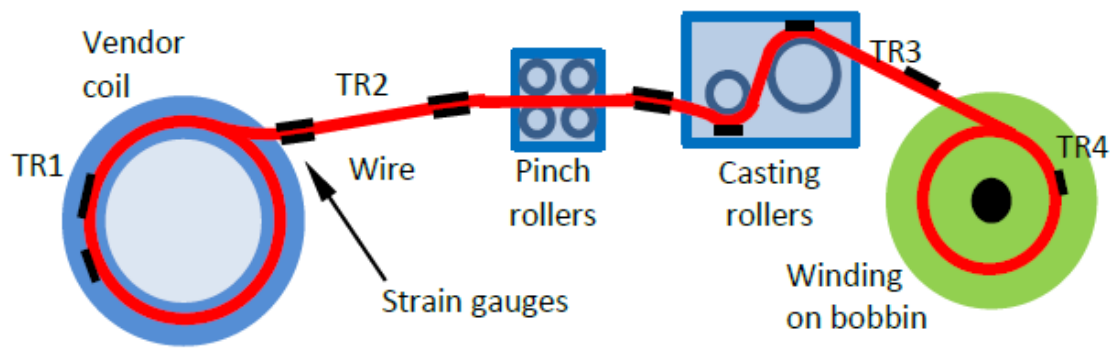


Figura 3: Processo de rebobinagem dos fios.

Fonte: (FERNANDO et al., 2017)

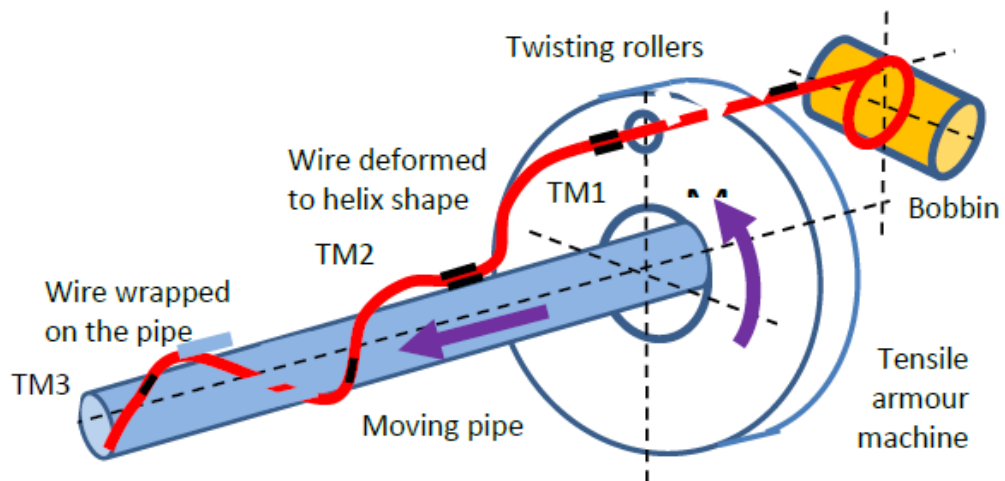


Figura 4: Processo esquemático de envolvimento dos fios de armadura na tubulação.

Fonte: (FERNANDO et al., 2017)

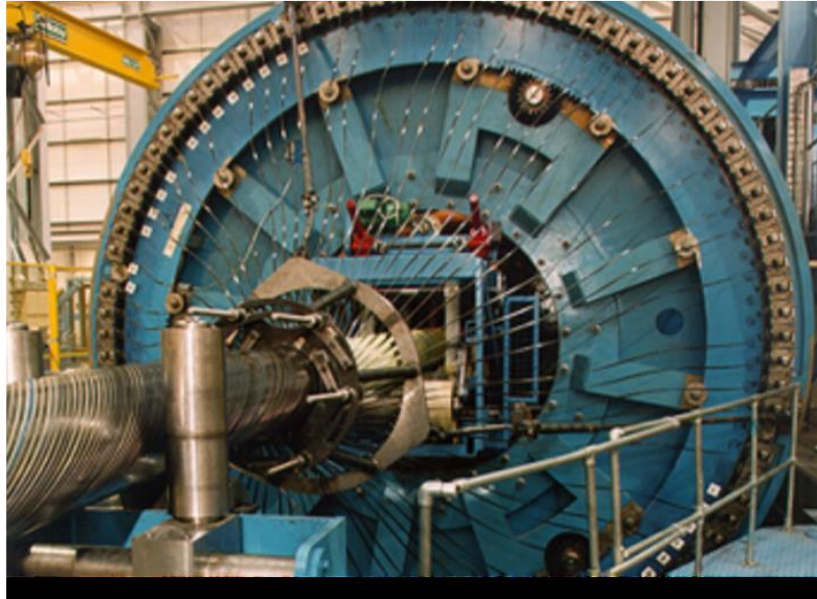


Figura 5: Processo de envolvimento dos fios de armadura na tubulação.

Fonte: (FERNANDO et al., 2017)

A formação de fios de armadura, conforme fornecida pelo fornecedor, em forma de hélice na tubulação, envolve uma significativa deformação plástica: torção e flexão repetida dos fios em diferentes planos. Os fios enrolados na tubulação não são descarregados. Portanto, os fios de armadura em tubulações flexíveis são considerados como contendo tensão residual. O conhecimento da tensão residual nos fios da tubulação fabricado é essencial para a tomada de decisões de projeto apropriadas com alta confiança para atender aos requisitos de utilização do material e, posteriormente, prever a integridade e durabilidade à fadiga da tubulação. (FERNANDO et al., 2017)

Segundo Fernando et. al (FERNANDO et al., 2017), o procedimento de bobinação e rebobinação normaliza as tensões residuais do material, de acordo com a tensão de escoamento, enquanto o processo de enrolamento na tubulação promove um gradiente de tensões residuais, aumentando a tensão no centro das amostras e reduzindo nas proximidades das superfícies, de acordo com a tensão de escoamento. Este esquema está apresentado na figura a seguir.

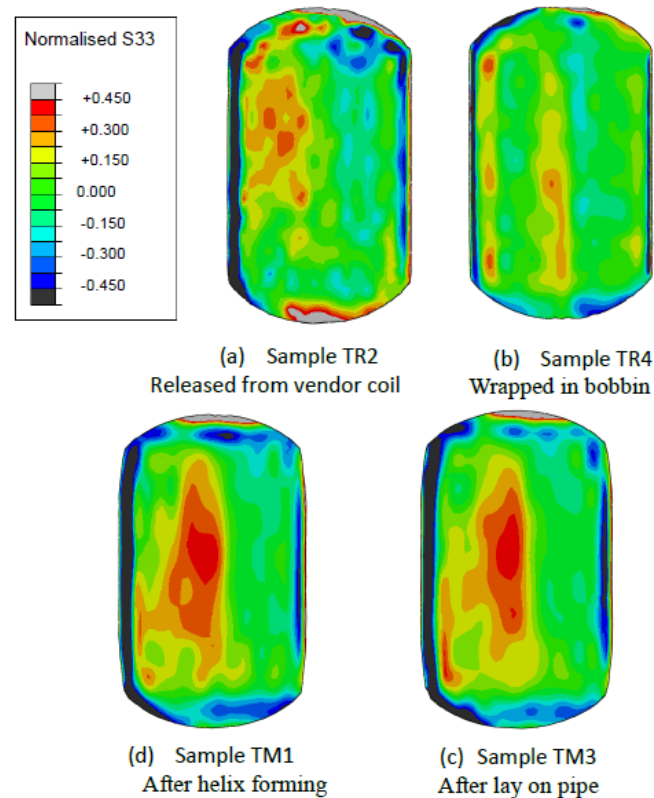


Figura 6: Análise de tensões residuais nas amostras de aço perlítico para aplicação de armadura de dutos flexíveis.

Fonte: (FERNANDO et al., 2017)

1.1.2 Fios trefilados e tratamentos térmicos

Aços perlíticos trefilados a frio são amplamente utilizados como estruturas de engenharia como cabos de aço, pontes suspensas, molas e cabos em pneus automobilísticos, devido a sua combinação de ultra alta resistência e ductibilidade bem aplicável. Os fios, com o passar dos anos, vêm se tornando os mais resistentes produtos de aço, com valores de resistência beirando 7 GPa (LI et al., 2014). Geralmente, os fios de aço são trefilados a partir de barras laminadas a quente, as quais são submetidas a transformação isotérmica da austenita em temperaturas de 480-550°C (processo de patenteamento) (LI; VIRTA, 2011; SCHASTLIVTSEV; YAKOVLEVA, 2015).

A estrutura do aço neste caso é uma perlita lamelar bastante fina, com espaçamento interlamelar abaixo de 100nm. Então, o aço experimenta uma trefilação a frio, em um processo de deformação plástica severa, garantindo assim gradualmente a sua resistência. Grandes esforços têm sido feitos para o entendimento da evolução microestrutural e seus efeitos na resistência pela trefilação a frio. (BORCHERS; KIRCHHEIM, 2016) Enquanto isso, em muitas

aplicações de engenharia, como pontes suspensas e cabos de energia, os fios são submetidos a galvanização por imersão a quente ou oxidação negra para melhorar sua propriedade anticorrosiva (FANG et al., 2012; HONG et al., 1999), então a estabilidade térmica dos fios trefilados, como também os mecanismos microestruturais associados ao tratamento térmico também são amplamente considerados por pesquisadores.

De modo geral, deseja-se adquirir não apenas fios de aço resistentes, mas também dúcteis, pois a ductilidade é muito importante para evitar a ruptura abrupta do material do fio em condições de serviço. No entanto, durante o processo de trefilação a frio, a resistência do arame é melhorada enquanto a ductilidade geralmente diminui concomitantemente. Com o aumento da tensão de trefilação, o raio do fio e o espaçamento interlamelar das placas perlíticas diminuem, de modo que a resistência do fio aumenta com o menor espaçamento interlamelar (obedecendo à relação de Hall-Petch) (ZHANG et al., 2011)). Mas a ductilidade do fio cai devido à restrição mais forte aos deslocamentos das camadas de cementita. Algumas exceções acontecem apenas para fios com alta tensão de trefilação (maior que 4) (LI et al., 2014; TORIBIO; VALIENTE, 2006; ZHANG et al., 2016). A razão pode ser, por um lado, a espessura da lamela de cementita nesta fase pode ser inferior a 1 nm (TORIBIO; VALIENTE, 2006) e a cementita fina mostra um certo grau de ductilidade devido ao efeito do tamanho (RAABE et al., 2010). Por outro lado, os resultados da tomografia por sonda atômica (APT) mostram que as lamelas de cementita começam a se decompor extensivamente em pedaços sob severa deformação plástica (SPD) (LI et al., 2014), o que pode liberar certas restrições às discordâncias e contribuir para a ductilidade dos fios. No entanto, o diâmetro dos fios com alta tensão de trefilação pode ser muito fino (mesmo abaixo de 0,1 mm nas Refs. (LI et al., 2014; ZHANG et al., 2016)), levando a limitações severas para as aplicações de engenharia amplas.

O tratamento térmico é outro método eficaz para controlar as propriedades mecânicas e a microestrutura do fio. Foi constatado que a resistência do fio é ligeiramente melhorada na baixa temperatura de recozimento (FANG et al., 2012; JOUNG et al., 2013; TAKAHASHI et al., 2012) com redução da sua ductilidade (FANG et al., 2012). Em seguida, a resistência do fio diminui e a ductilidade do fio é aumentada continuamente em temperaturas mais altas, ou pior, o fio com uma resistência conforme trefilado de 6,35GPa obtém uma ductilidade deteriorada com o aumento da temperatura acima de 350 ° C (LI et al., 2015). Sob o recozimento de baixa temperatura, os fios experimentam *Static strain aging* (SSA) e recuperação da microestrutura, enquanto a recristalização e o crescimento de grãos de cementita e ferrita aparecem em temperaturas mais altas (JOUNG et al., 2013). No entanto, a mudança da

microestrutura nos fios recozidos de baixa temperatura dificilmente pode ser observada através do MET (Microscopia Eletrônica de Transmissão) (HONG et al., 1999; LI et al., 2012, 2015), mesmo que a tensão (especialmente a Tensão de escoamento) possa ter variado aparentemente. Isso indica que uma variação mais delicada aconteceu no material do arame. Por meio da espectroscopia de aniquilação de pósitrons (PAS), os pesquisadores descobriram que em baixas temperaturas até cerca de 523K, a aniquilação de complexos de vacância de carbono (simples ou talvez di-vacâncias) é provável e o carbono pode se difundir para contornos de grão, contornos de interfase ou discordâncias (BORCHERS et al., 2010, 2014). Um resultado de APT interessante exibe uma dissolução completa da cementita com uma distribuição uniforme de carbono ao longo de toda a amostra é gerada após o recozimento a 423K, o que indica a decomposição da cementita durante o recozimento de baixa temperatura.

Parece que é improvável melhorar a resistência e a ductilidade dos fios simultaneamente. No entanto, descobriu-se que a resistência à tração e a ductilidade de um fio moderadamente trefilado ($\epsilon = 2$) melhoraram ligeiramente sob recozimento a baixa temperatura (ZHOU et al., 2016, 2018). Acredita-se que o aumento da resistência resulte da decoração de nanogrãos de cementita das discordâncias da ferrita e a ductilidade aumentada pode se originar da recuperação do defeito quando a microestrutura dos fios de aço permanece lamelar. No entanto, as possíveis condições para atingir um equilíbrio resistência-ductilidade não são fornecidas em detalhes de forma explícita, uma vez que sua atenção foi dada a outros tópicos importantes, como a cristalização de cementita (ZHOU et al., 2016) e a propriedade de torção de fios perlíticos (ZHOU et al., 2018). Compreende-se que o mecanismo de fortalecimento e plasticidade dos fios perlíticos trefilados a frio sob o processo de recozimento ainda não foram totalmente compreendidos até o momento.

Nos últimos anos, simulações atomísticas têm sido empregadas para ajudar a explicar a evolução microestrutural e o mecanismo mecânico dos fios perlíticos. Com a estática molecular (MS), a energia de ligação entre um átomo de carbono e as discordâncias em hélice ou aresta no ferro CCC é calculada na escala atômica. Os resultados mostram uma concordância quantitativa com a teoria da elasticidade, desde que cálculos elásticos anisotrópicos sejam realizados e sejam consideradas tanto a dilatação quanto a distorção tetragonal induzida pelo intersticial de carbono.(CLOUET et al., 2008). Uma abordagem de simulação em multiescala baseada em cálculos atomísticos e um modelo de difusão discreto é desenvolvida para explicar o mecanismo de composição de cementita durante a trefilação.(NEMATOLLAHI et al., 2016). Os resultados favorecem o assim chamado chamado “mecanismo de arrasto”, pelo qual

uma discordância em hélice móvel é capaz de transportar átomos de carbono ao longo de seu plano de deslizamento, e mostram uma boa concordância com os dados de concentração de carbono em ferrita, a partir da análise por APT (LI et al., 2011). Simulações de MD também são realizadas para investigar as discordâncias inadequadas em interfaces de ferrita / cementita e para várias relações de orientação (ORs) e os ORs mais prováveis em aço perlítico são fornecidos por esta análise (KIM; KANG; RYU, 2016). Pela análise de correção de imagem de MET por aberração (CAMEM) e teoria funcional de densidade (DFT), foi descoberto que a interface com a camada da extremidade Fe-C-Fe na cementita tem a energia mais baixa devido à formação de ligações Fe-C interfaciais. (ZHOU et al., 2017)

1.1.3 Kernel Average Misorientation (KAM) e Fator de Taylor no estudo da prevenção de falhas

Kernel Average Misorientation (KAM) é uma técnica importante proposta primeiramente por (KUNZE et al., 1993; LASSEN; JENSEN; CONRADSEN, 1992; WRIGHT; NOWELL; FIELD, 2011; WRIGHT; NOWELL, 2006), que é amplamente utilizada em mapeamentos de *Electron Back-Scatter Diffraction* (EBSD), indicando a densidade de discordâncias através da quantificação da curvatura da rede local e distorção de materiais cristalinos. (BREWER; FIELD; MERRIMAN, 2009; WRONSKI et al., 2012)

Após o típico escaneamento EBSD de ponto-a-ponto na superfície da amostra observada, a análise por KAM é definida como a desorientação média entre um ponto da rede *kernel* e seus pontos vizinhos, excluindo aqueles fora do contorno de grão, os quais refletem a curvatura da rede local. Enquanto isso, o mapa IQ (*Image Quality*) é definido como a qualidade degradada dos padrões Kikuchi em cada ponto escaneado, o que reflete a distorção local da rede. (RUI et al., 2021b)

Embora a curvatura ou distorção da rede também possa ser induzida por deformação elástica ou vários defeitos intrínsecos, como átomo de soluto, segunda fase, contorno de grão, etc., as discordâncias induzidas por deformação plástica dominarão a mudança de KAM e IQ mascarando os fatores acima (WRIGHT; NOWELL; FIELD, 2011), essa é exatamente a razão pela qual a análise por KAM pode servir como indicador de densidade de discordâncias para análises de possíveis falhas de vários materiais cristalinos.

O Fator de Taylor é outra técnica de prática comum para estabelecer a relação entre tensão de escoamento e a tensão de cisalhamento resolvida crítica em materiais policristalinos. (KOCKS; MECKING, 2003; MASOUMI; SILVA; DE ABREU, 2017; SHEN; LI; WEI, 2013;

SUWAS; RAY; SATYAM SUWAS, 2014; TAYLOR, 1938) No entanto, nenhum entendimento claro sobre a influência do fator de Taylor na textura, bem como resistência à tração e ductilidade, pode ser desenvolvido a partir da literatura aberta. (SARKAR et al., 2019) Além disso, o valor do fator Taylor é assumido como 3 na maioria dos estudos, representando uma distribuição de orientação aleatória e, portanto, ignorando as implicações das possíveis diferenças nos valores desse fator para diferentes grãos na evolução geral da textura e nas propriedades mecânicas. (KOCKS; MECKING, 2003)

Embora Masoumi et al. (MASOUMI; SILVA; DE ABREU, 2017) exploraram a variação do fator de Taylor para aços em tubulações, um estudo mais detalhado é obrigatório para elucidar estatisticamente a influência da distribuição do fator de Taylor nas propriedades de tração das ligas desenvolvidas. (SARKAR et al., 2019)

A probabilidade da mudança de orientação de um grão individual por rotação com deformação e a sua influência nas propriedades mecânicas de ligas metálicas não foram suficientemente exploradas. (RAKSHIT et al., 2022) Comumente, o estudo sobre o Fator de Taylor é realizado para prever a resposta de escoamento de uma orientação de grão em relação ao estado de tensão macroscópico. (BIROSCA, 2015; PRASAD et al., 2018)

Sarkar et al. (SARKAR et al., 2019) destacaram o efeito da distribuição do fator de Taylor na evolução microtextural durante a deformação plana de deformação, seguida de recozimento e o relacionaram com a variação de resistência e ductilidade em aços com Ti adicionado Fe–Mn–Al–Si–C. Similarmente, Yerra et al. (YERRA et al., 2004) conduziram a operação de estiramento no plano em aço de baixo carbono e correlacionaram os desenvolvimentos microestruturais/microtextuais com o fator de Taylor.

No entanto, a maioria desses estudos que relacionam a orientação cristalográfica com a distribuição do fator de Taylor são feitos em um determinado caminho de deformação, ignorando a influência de diferentes caminhos de deformação na evolução da microtextura e na distribuição do fator de Taylor. Portanto, o estudo limitado neste campo não fornece uma visão abrangente na compreensão da correlação entre a evolução da microtextura e a distribuição do fator de Taylor ao longo de vários caminhos de deformação. (RAKSHIT et al., 2022)

O presente estudo tem como objetivo determinar os efeitos de deformações por flexão semelhantes ao procedimento de fabricação de tubulações marítimas flexíveis, correlacionando o efeito destas deformações com mudanças microestruturais e texturais na

resistência do material. Também são investigados os efeitos de tratamentos térmicos de recozimento e patenteamento neste material, na microestrutura e textura.

1.2 Motivação de estudo

O comportamento mecânico desses fios de tração submetidos a cargas longitudinais e flexão tem sido investigada tanto por acadêmicos como industriais nas últimas décadas. Métodos estabelecidos para análises de engenharia se provaram capazes de prever inúmeros modos de falha. Entretanto, vários modos de falha ainda são de tal complexidade que permanecem como razão de manter a pesquisa no assunto. (ØSTERGAARD; LYCKEGAARD; ANDREASEN, 2012)

Segundo a literatura (MASOUMI et al., 2017, 2018a, 2018b; MASOUMI; HERCULANO; DE ABREU, 2015; MASOUMI; SILVA; DE ABREU, 2016, 2017), a textura é de suma importância na prevenção de falhas, pois devido estas possuírem uma direção cristalográfica ideal para a propagação de discordâncias e trincas, o conhecimento da estrutura do material, da orientação preferencial dos grãos cristalográficos, densidade de contornos de grãos, e outros fatores são obtidos principalmente estudando a textura do material, reiterando a importância da mesma, para o controle e prevenção de falhas.

Ressaltando então que o estudo da textura cristalográfica nas tubulações citadas anteriormente é de suma importância principalmente devido a prevenção e estudo de propagação de trincas que podem vir a ocorrer, pode-se afirmar que o assunto ainda necessita de pesquisas relacionadas, pois alguns modos de falha são tão complexos que dificultam a prevenção deles.

Estudos recentes no assunto apontam que flexão, a frio, ocasiona aumento nas tensões residuais devido a geração de discordâncias, especialmente nas regiões entre fases. Esse aumento tende a ser maior nas regiões de extremidade, comparada a região da linha neutra. Observa-se também nestes estudos, a ocorrência do refino do tamanho de grãos em consequência da flexão, o que dificulta o caminho livre para propagação de trincas. No entanto, essa flexão tende a enfraquecer os limites interfásicos, também pelo refino do tamanho de grãos, condição que pode ocasionar a formação de grandes fissuras, as quais podem se propagar facilmente dependendo se há ocorrência de orientação preferencial dos grãos. (MANDAL et al., 2019)

Também é afirmado que a medição de tensões residuais em armadura de dutos flexíveis pelo método do contorno fornece valores comparáveis aos obtidos de métodos mais avançados, como raios X, síncrotron de alta energia e difração de nêutrons. Também destaca-se a necessidade de usar propriedades representativas do material e condições de contorno de tensão nos modelos de elementos finitos para prever com precisão a tensão residual. (FERNANDO et al., 2017)

Tratamentos térmicos são responsáveis pela diminuição de tensões nos materiais, as quais podem ser causadas por defeitos, processamento do material, dentre outros. Também podem ocasionar a recristalização do material, reordenando sua microestrutura, reduzir ou aumentar tamanho dos grãos e a densidade dos contornos de grão. (PADILHA; SICILIANO, 2005) Levando esta premissa em conta, é importante conhecer o comportamento do material ao sofrer tratamentos térmicos, pois com o controle dos contornos de grãos é possível prever quais falhas possam ocorrer, como também as prevenir.

1.3 Objetivos da dissertação

1.3.1 Objetivos gerais

Determinar os efeitos de deformações por flexão semelhantes ao procedimento de fabricação de tubulações marítimas flexíveis, correlacionando o efeito destas deformações com mudanças microestruturais e texturais na resistência do material. Também são investigados os efeitos de tratamentos térmicos de recozimento e patenteamento neste material, na microestrutura e textura.

1.3.2 Objetivos específicos

- Determinar os efeitos de deformações por flexão na microestrutura e textura de um aço perlítico com 0,74wt% C, com geometria semelhante ao material aplicado em dutos flexíveis;
- Correlacionar o efeito das deformações realizadas com as mudanças ocasionadas na microestrutura e textura na resistência do material;
- Determinar os efeitos de tratamentos térmicos de recozimento e patenteamento neste material, nos critérios supracitados;

1.4 Organização dos tópicos

Para cumprimento dos objetivos supracitados, o segundo capítulo aborda a metodologia utilizada para obtenção dos resultados. O capítulo 3 aborda os efeitos das deformações por flexão na microestrutura e textura de um aço perlítico com 0,74wt% C, com geometria semelhante ao material aplicado em dutos flexíveis. No capítulo 4, os efeitos de tratamentos térmicos de recozimento e patenteamento neste material são estudados. As conclusões do estudo estarão apresentadas no capítulo 5.

2 METODOLOGIA

Este capítulo explana os métodos aplicados para a obtenção dos resultados relacionados ao objetivo da dissertação.

2.1 Análise química

Para obtenção da composição química do material de estudo, as amostras foram lixadas em lixas d'água, com granulometria de 80 e 100, respectivamente. A análise foi conduzida usando um Espectrômetro de emissão óptica, modelo SHIMADZU PDA-7000, equipado com gás argônio, pertencente ao Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM), na UFC, relacionado ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

2.2 Caracterização microestrutural

As amostras foram preparadas segundo o método padrão de preparação metalográfica, consistindo em lixamento e polimento. As amostras foram lixadas em lixas d'água, com granulometria 220, 320, 400, 600, 1200, respectivamente. O polimento subsequente foi feito com pastas de suspensão de diamante, de 3 e 1 μm , respectivamente. As amostras foram então atacadas usando Nital 2% por 8 segundos.

A análise foi conduzida usando um Microscópio Eletrônico de Varredura com Emissão de Campo, modelo *FEI® Quanta 450*, acoplado com detector de Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) pertencente a Central Analítica da UFC. O tamanho médio das lamelas e das partículas de cementita foram medidos das micrografias usando o software *Image-J* (BANKOLE et al., 2019), pelo método de interpolação linear.

2.3 Difração de raios X

Para investigação estrutural e textural, foi utilizado um difratômetro X'Pert Pro (PANalytical®), equipado com radiação $\text{Co K}\alpha$ ($\lambda = 1.79026 \text{ \AA}$), pertencente ao Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM), na UFC, relacionado ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, operando em 40 kV e 45 mA. Para aquisição, os seguintes parâmetros foram utilizados: *Step size* de $0,2^\circ$, tempo entre cada *step* de 5s, e o ângulo de difração compreendido entre 45 e 105° .

A preparação destas amostras foi de acordo com o método padrão de preparação metalográfica, consistindo em lixamento e polimento. O polimento subsequente foi feito com suspensão de alumina, para remoção de riscos.

O refino para cálculo da densidade de discordâncias, tamanho de cristalitos e microdeformações foi estimado a partir do padrão de difração obtido, usando o pacote de softwares CMWP, desenvolvido por Ribárik et. al (RIBÁRIK; GUBICZA; UNGÁR, 2004; RIBÁRIK; UNGÁR; GUBICZA, 2001). O método de refino é conhecido como método de Ungár, o qual leva em consideração principalmente a densidade de discordâncias no material.

O conceito do programa CMWP é baseado nos conceitos similares ao refino Rietveld. No CMWP, o padrão de difração teórico é gerado, adicionando a função background com a função de perfil (RIBÁRIK; GUBICZA; UNGÁR, 2004; RIBÁRIK; UNGÁR; GUBICZA, 2001)

$$I_{teórica} = BG(2\theta) + \sum_{hkl} I_{MAX}^{hkl} I^{hkl} (2\theta - 2\theta_0^{hkl})$$

Onde $BG(2\theta)$ é a função background, I_{MAX}^{hkl} é a intensidade dos picos, $2\theta_0^{hkl}$ é o valor de 2θ no pico e I^{hkl} é o valor teórico da função de perfil (*peak broadening*—alargamento de picos), para a reflexão em hkl . A função de perfil teórico é expressa por uma transformação de Fourier obtida por convolução da função de perfil instrumental medida, a função de perfil de tamanho de cristalito e a função de perfil de deformação para discordâncias.

A função de perfil instrumental é obtida a partir de uma amostra padrão, o alargamento dos picos instrumentais foi determinado pela amostra de pó padrão LaB6. O padrão de difração teórico é ajustado aos dados experimentais usando um algoritmo de mínimos quadrados. (RIBÁRIK; GUBICZA; UNGÁR, 2004; RIBÁRIK; UNGÁR; GUBICZA, 2001)

A função do perfil de deformação teórica é uma função da densidade de discordâncias, ρ . Para cristais com discordâncias, a deformação quadrada média foi estimada usando a abordagem proposta por Warren e Averbach: (WARREN; AVERBACH, 2004)

$$A^D(L) = \exp \left[-\frac{\pi b^2}{2} (g^2 C) \rho L^2 f \left(\frac{L}{R_e^*} \right) \right]$$

Onde g é o valor absoluto do vetor de difração, L é a disposição dos átomos em relação à sua posição ideal, f é a função de tensão, b é o valor absoluto do vetor de Burgers e

R_c^* é um parâmetro de comprimento. A constante C foi calculada e medida usando o programa ANIZC (BORBÉLY et al., 2003), a qual é o fator de contraste para as discordâncias, o qual depende da constante elástica do material, a orientação, o vetor de difração, o vetor de Burgers, o vetor linear e o vetor normal, do plano de escorregamento da discordância.

Para a análise de textura, foram feitas funções de distribuição de orientações (ODFs), as quais foram obtidas pelo método de expansão de séries ($I_{max} = 22$), baseada nas figuras de polo incompletas (110), (200) e (211), e representadas pela convenção de Bunge utilizando os três ângulos de Euler (ϕ_1, ϕ, ϕ_2). Foi utilizado o pacote de dados *MTEX* adjunto ao programa *Matlab*® para a análise dos dados obtidos de textura e apresentação deles.

2.4 Microdureza

Para avaliação da microdureza das amostras do material, foram feitos mapas de microdureza na *cross-section* das amostras. As amostras foram identadas pelo método de microdureza Vickers, cujo identador é de diamante com formato piramidal, onde as faces estão espaçadas a uma angulação de 136° (GARCIA; SPIM; SANTOS, 2012). Este identador é comprimido nas amostras, aplicando uma carga F (1kgf, equivalente a 9,877 N) por 10 segundos em várias regiões, espaçadas verticalmente em $500\mu\text{m}$ e horizontalmente $2500\mu\text{m}$. O identador utilizado é da marca *SHIMADZU*, modelo *SHIMADZU HMV-2 Micro-Hardness Tester*, pertencente ao Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM), na UFC, relacionado ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

2.5 Electron Backscatter Diffraction (EBSD)

As superfícies das amostras foram preparadas pela rota padrão de preparação metalográfica, seguida de passes de polimento usando uma suspensão de sílica coloidal de $0,04\mu\text{m}$ (10 mL água destilada:1 mL sílica coloidal), por 90 minutos, utilizando os parâmetros de velocidade 20, força 1 e *soft stop*. Os mapas de EBSD foram obtidos operando uma voltagem de 20 kV, nas amostras com ângulo de inclinação de 70° , usando um *step size* de 80nm (Para a amostra NT) e 40 nm (Para as amostras 5P e T). Os softwares *HKL-Channel 5* (Tango), *ATEX* © foram usados para analisar e apresentar os dados.

A análise foi conduzida usando um Microscópio Eletrônico de Varredura com Emissão de Campo, modelo *FEI*® *Quanta 450*, acoplado com detector de Difração de Elétron Retroespalhados (EBSD) pertencente a Central Analítica da UFC.

3 DETERMINAÇÃO DOS EFEITOS DE DEFORMAÇÕES POR FLEXÃO NA MICROESTRUTURA E TEXTURA DE UM AÇO PERLÍTICO COM 0,74WT% C

Neste capítulo serão abordados os efeitos do procedimento de deformações na microestrutura e textura do material de estudo. Os dutos flexíveis (DF) são tubulações marítimas que ligam um ponto a outro, transportando óleos e gases. Estas tubulações estão submetidas a vários modos complexos de tensão, como compressão, tração e flexão. Estes modos complexos proporcionam condições tais que os modos que ocorrem as falhas destas tubulações são também bastante diversos. O comportamento mecânico dos fios de tração inerentes das tubulações submetidas a cargas longitudinais e flexão tem sido investigada tanto por acadêmicos como industriais nas últimas décadas. Métodos estabelecidos para análises de engenharia se provaram capazes de prever inúmeros modos de falha, entretanto, vários modos de falha ainda são de tal complexidade que permanecem como razão de manter a pesquisa no assunto. É conhecido a maior ou menor facilidade de propagação de trincas em aços relacionados à textura cristalográfica existente. Vale ressaltar que o estudo da textura cristalográfica nas tubulações citados anteriormente é de suma importância principalmente devido a prevenção e estudo de propagação de trincas que podem vir a ocorrer.

3.1 Procedimento experimental

O material analisado neste estudo foi um aço perlítico de 0,74wt% C. Foram analisadas amostras do material antes do procedimento de bobinação e rebobinação (como recebidas), denominadas **NT**, amostras após o procedimento de flexões (equivalentes ao processo de bobinação e rebobinação), denominadas **1P** a **5P**, e amostras retiradas da camada de armadura de trações de uma tubulação flexível, denominada **T**, ou torcida. O material aplicado como armadura de tensões sofre deformações por torção, flexão e tração durante a aplicação.

O material de estudo foi fundido a partir do forno elétrico ou pelo alto forno. O tarugo obtido é laminado a quente. Após a laminação, o material passa por tratamento térmico de patenteamento, especificado pelo fabricante, consistindo em uma austenitização em uma temperatura entre 900-1100°C, seguido de um banho isotérmico em chumbo em uma temperatura entre 520-540°C, o qual promove homogeneização da estrutura, controle do

tamanho de grão e formação de uma estrutura perlítica muito fina, ideal para laminação e trefilação a frio.

O material é então submetido a trefilação e laminação a frio. Durante este processamento, a tensão de escoamento, e o limite de resistência a tensão do fio obtido aumentam, enquanto a ductibilidade diminui. É obtido assim uma *cross-section* de 6 mm x 14 mm. Após este procedimento, o material é submetido a um tratamento térmico de alívio de tensões por revenimento, sendo esse em temperaturas entre 650° e 700°C, durante um minuto. A tensão de escoamento, e o limite de resistência a tensão do fio diminuem, enquanto a ductibilidade aumenta, para que tenha melhores propriedades em aplicações de serviço mais severas.

O material é então submetido a um processo de flexão e contra flexão, tentando simular o processo de fabricação dos fios. Este procedimento de deformações iniciais garante a integridade do fio na bobina com tolerância de defeitos garantida. Este processo de flexões alternadas aproxima-se a 2% de deformação do material, sendo a última etapa a necessária para que a superfície do material esteja tensionada ao equivalente de 100% da tensão de escoamento. O grau de deformações calculadas para o procedimento é necessário para atingir com exatidão as tensões prévias a bobinação e rebobinação. O procedimento de flexão e contra flexão nas amostras deste estudo, na mesma configuração de flexão (**Flexão em 3 pontos**), é realizado tendo como embasamento a configuração abaixo, representado pela Figura 7 a seguir:

Deformações: (+ α %) => (- α %) => (+ α %) => (- α %) => (+ α %) – Com a finalidade de tensionar a superfície da amostra o equivalente a 100% da tensão de escoamento.

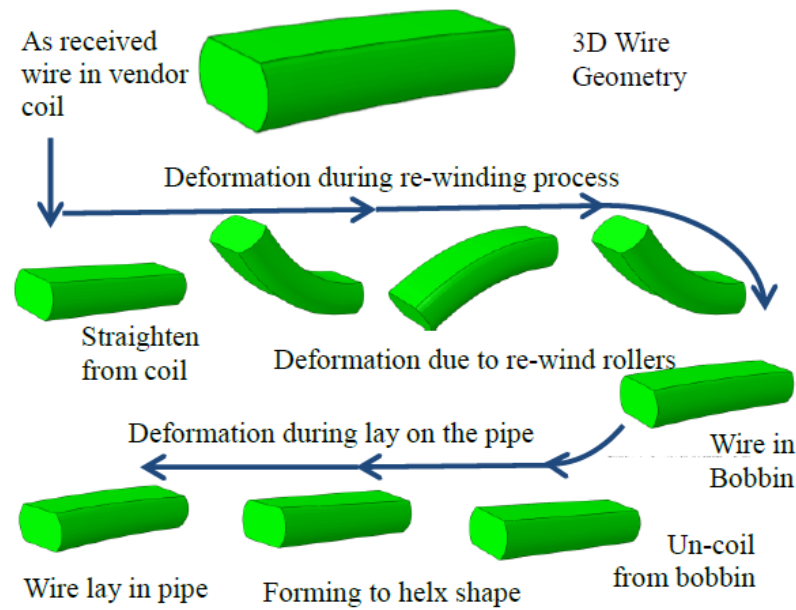


Figura 7: Esquema representativo das tensões sofridas pelos fios de tração durante a aplicação como armadura de tração de tubulações flexíveis.

Fonte: (FERNANDO et al., 2017)

Esta tensão na superfície foi calculada anteriormente por outros autores, como Fernando et. al (FERNANDO et al., 2017) pelo método do contorno. Este método baseia-se no fato de que ao dividir um objeto em duas partes usando um método de secção onde não há imposição de tensões, a superfície revelada com o corte será livre de tensões em relação a direção normal a direção do corte. Esse procedimento proporciona uma mudança na superfície, causando deformações, resultando em um perfil de superfície de contorno, determinado pelas tensões residuais do material (PRIME, 2001).

O procedimento de obtenção dos resultados neste estudo está apresentado na Figura 8 a seguir:

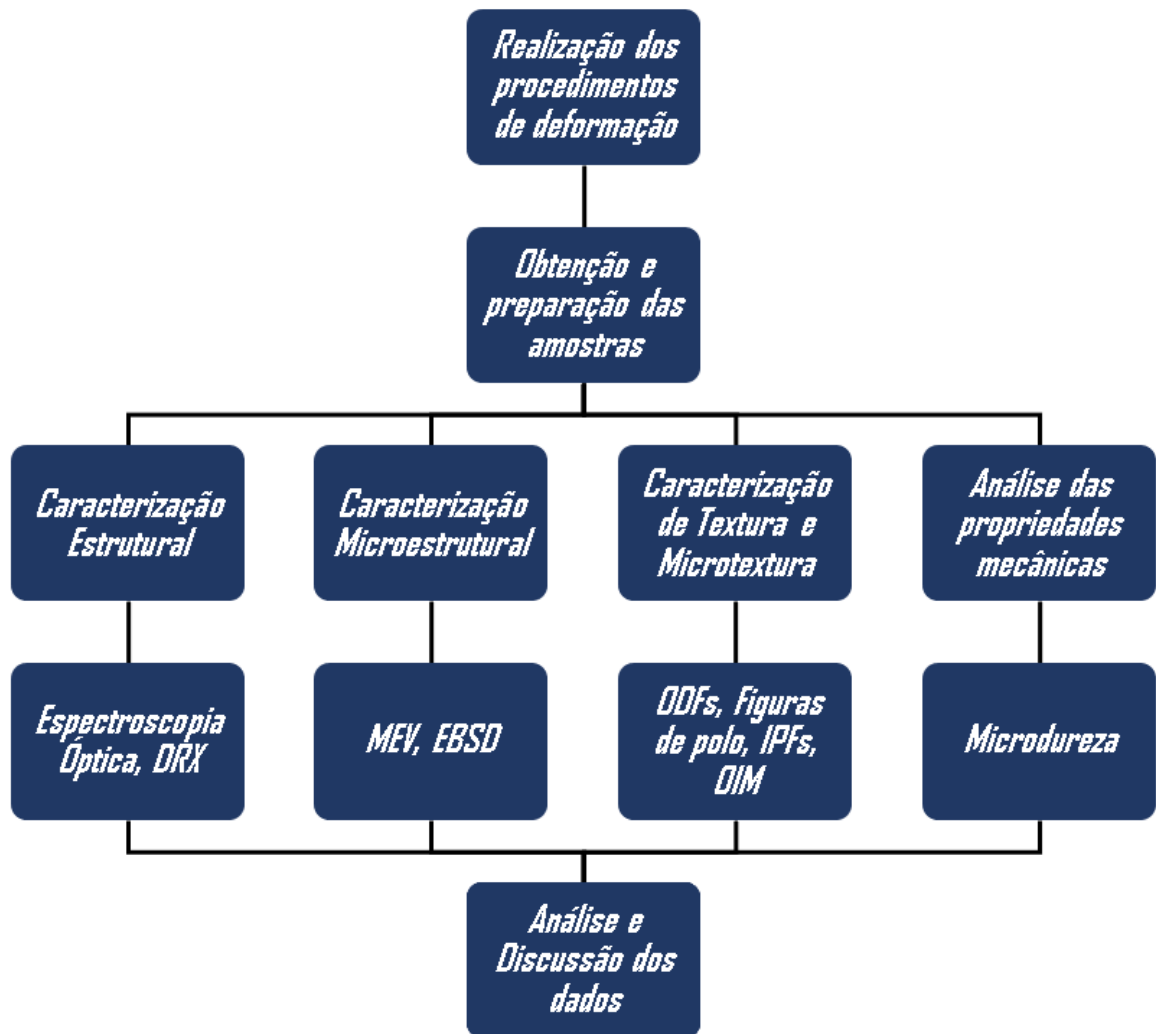


Figura 8: Procedimento realizado para obtenção dos dados.

Fonte: Autor.

3.2 Resultados

Nesta seção estarão apresentados os resultados e a discussão das análises realizadas no estudo, para cumprimento dos objetivos deste capítulo.

3.2.1 Análise química, caracterização estrutural e microestrutural

A composição do material do estudo está apresentada na tabela a seguir:

Tabela 1: Composição química (wt%) do material de estudo.

Composição do material utilizado no estudo (wt%)											
	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	V	Al	Ti	Fe
	0,74	0,76	0,23	0,004	0,002	0,039	0,025	0,004	0,036	0,004	Bal

Nas micrografias apresentadas na Figura 9 estão as microestruturas das amostras como recebida (**NT**), com o início do procedimento de flexões (**1P**) após o procedimento de flexões (**5P**) e após a aplicação de armadura em dutos flexíveis (**T**). Por conta do procedimento termomecânico de fabricação destes fios, este material apresenta uma estrutura de perlita fina, consequente do patenteamento, com presença de cementita esferoidizada ou globular, consequente do tratamento de alívio de tensões. (MESPLONT, 2010)

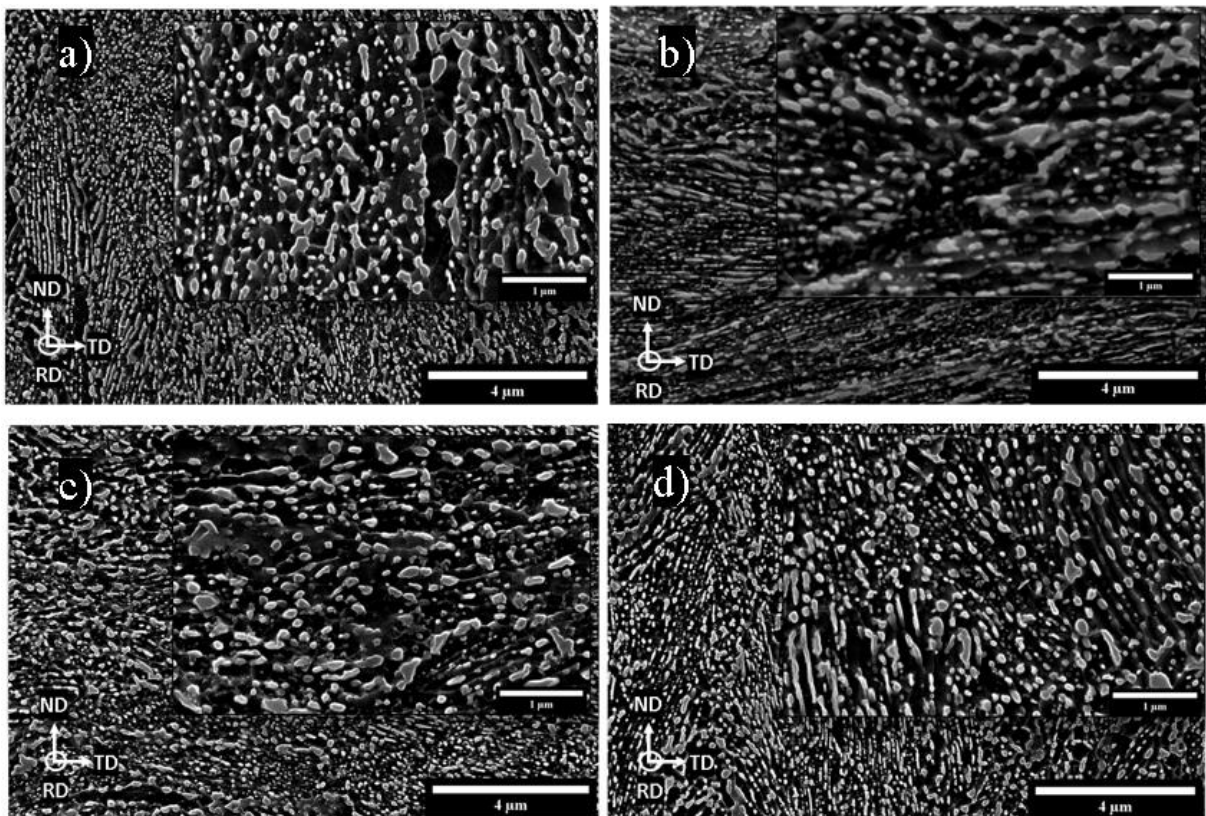


Figura 9: Micrografias das amostras de aço perlítico (0.74wt%C): a) NT; b) 1P; c) 5P; d) T.

Fonte: Autor

Os gráficos a seguir, apresentados nas figuras 10 e 11, reiteram o refino ocorrido na microestrutura, visto que com o procedimento de flexões não ocorre uma mudança significativa na distribuição de cementita esferoidizada. No entanto, com a torção proeminente da aplicação como armadura de tensões, o refino é visível, pois ocorre aumento na distribuição de cementita esferoidizada com diâmetro menor que 400 nm, ao passo que ocorre redução na distribuição de cementita esferoidizada com diâmetro maior que 400 nm, diminuindo a dispersão dos dados.

Analisando as lamelas de cementita presentes na microestrutura também é possível notar o refino na microestrutura por conta da redução de dispersão dos dados, concentrando a

espessura das lamelas na faixa compreendida entre 40 e 80 nm, sendo a amostra menos dispersa a que é retirada da armadura de tensões. A média da espessura das lamelas não muda expressivamente, mas é alterada por conta da redução da dispersão dos dados. Essa redução de dispersão tem efeito direto na resistência do material, em específico, a tensão de escoamento, por conta da relação Hall-Petch.

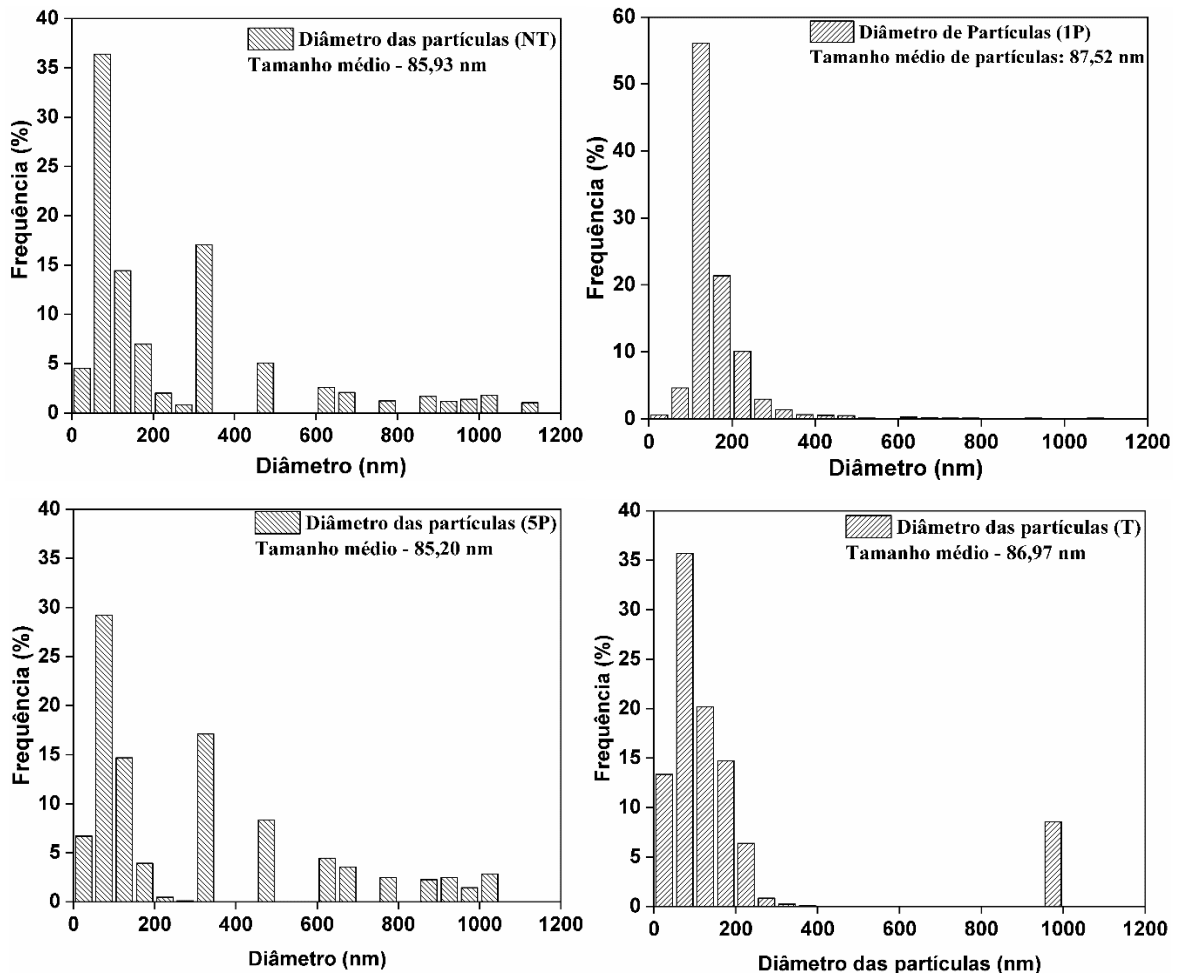


Figura 10: Distribuição de cementita esferoidizada nas microestruturas dos materiais analisados.

Fonte: Autor.

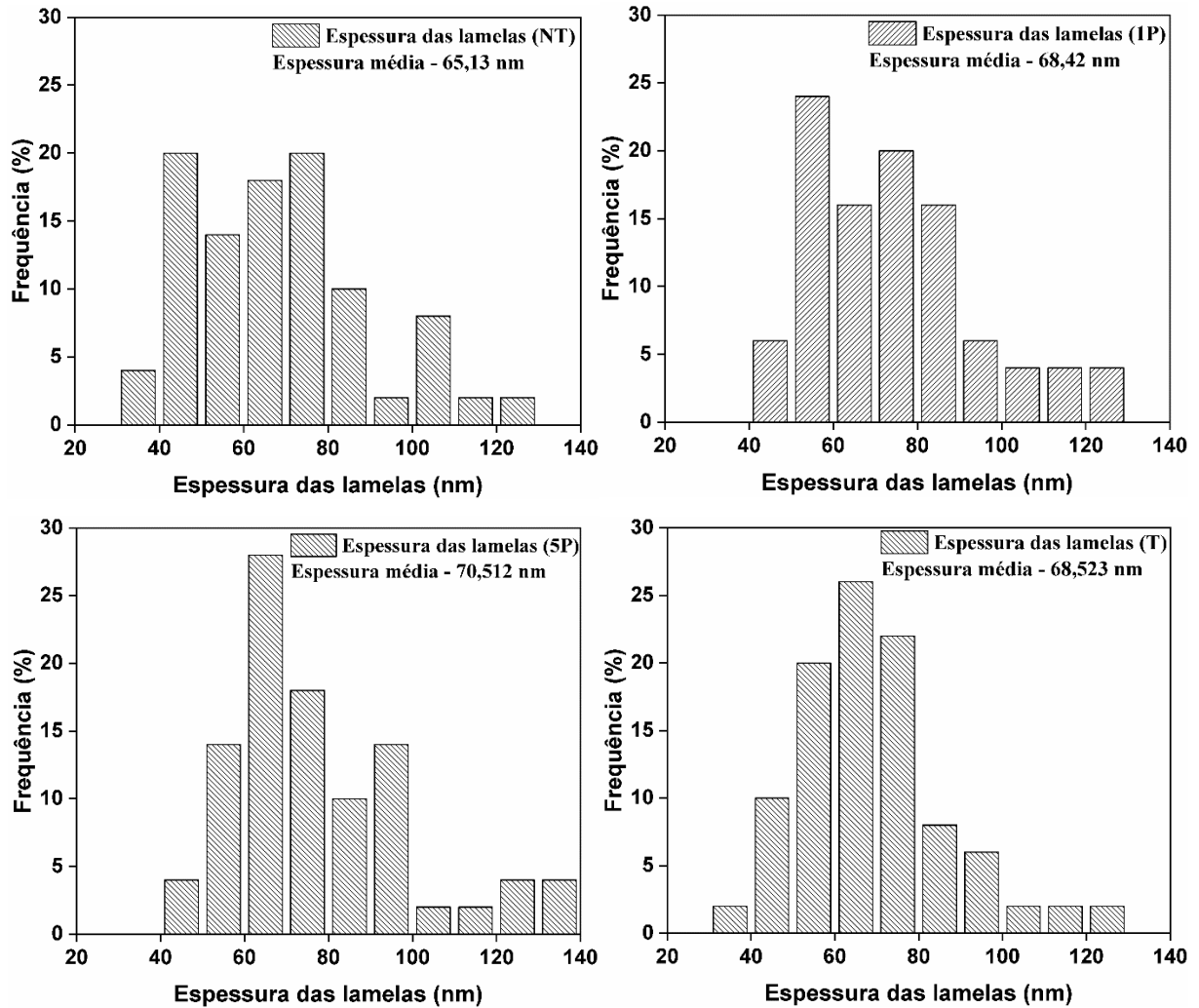


Figura 11: Distribuição da espessura das lamelas de cementita nas microestruturas dos materiais analisados.

Fonte: Autor.

O material como recebido apresenta microestrutura parcialmente de perlita fina (Aproximadamente 65 nm de espessura de lamelas), como também presença de estrutura parcialmente esferoidizada ou semi-esferoidizada (Aproximadamente 85 nm de diâmetro de partículas), devido às condições de processamento prévias do material. Em aços perlíticos, a sua resistência mecânica é dependente do espaçamento entre as lamelas de cementita, aumentando a resistência com a diminuição do espaçamento.

O tamanho das colônias de perlita fina também tem influência na resistência dos aços perlíticos, visto que colônias maiores apresentam menos fronteiras a movimentação de discordâncias no material, enquanto colônias de tamanho menor apresentam mais fronteiras, como dita a relação Hall-Petch. Dificultar a movimentação de discordâncias faz-se necessário o fornecimento de mais energia para que elas se propaguem no material, ou seja, haja

deformação plástica, e, portanto, aumentar a resistência do material. (HYZAK; BERNSTEIN, 1976)

A presença de microestrutura esferoidizada dispersa nos grãos de ferrita, é, segundo Oyama et al. (OYAMA, T; SHERBY, O. D.; WADSWORTH, J.; WALSER, 1984) responsável pelo aumento da ductibilidade, sem interferir na tensão de escoamento, visto que essa é dependente tanto do espaçamento das lamelas, como também do tamanho de grão de austenita prévio.

Nas amostras relativas ao procedimento de flexões observa-se reorientação das lamelas de cementita, em relação a TD. Esta reorientação provavelmente é causada por conta da geração de distorções e pelas flexões consecutivas no material. As tensões e deformações impostas ao material não são suficientes para alterar a morfologia da cementita, visto que ainda há colônias de perlita. Esta mudança de orientação na estrutura pode indicar um aumento de energia no material, principalmente nas regiões de interface ferrita-cementita e em contornos de grão. Com o início do procedimento de flexões há uma mudança expressiva quanto ao tamanho de partículas na amostra, ocorre refino no tamanho das partículas, perceptível pela concentração de partículas na faixa de 100-150 nm, no entanto, após o procedimento, as partículas tendem a ficar com diâmetros um pouco mais dispersos como na amostra como recebida, ocorrendo apenas o refino na microestrutura, perceptível pela redução da dispersão dos dados, comparados a amostra **NT**.

Na amostra, após a aplicação como armadura de tração em dutos flexíveis, nota-se a reorientação das lamelas novamente em relação a ND, como também a mudança de morfologia da cementita, visto que várias lamelas passam por diminuição no seu comprimento e ocorre um aumento da concentração de cementita em formato semi-esferoidizado ou globular. Novamente, não há uma mudança expressiva no tamanho de partículas e espessura de lamelas, apenas o refino na dispersão dos dados. Esse refino na microestrutura ocorre por conta das tensões de cisalhamento e torção impostas no material durante a aplicação como armadura, a fim de reduzir a energia livre, gerada pelos ciclos de deformação previamente impostas.

Essa redução na energia livre por consequência do refino da microestrutura é plausível, pois segundo Amos et al. (AMOS et al., 2018), o qual investigou os mecanismos da esferoidização da perlita por deformação a quente, aponta que as discontinuidades nas interfaces ferrita-cementita e contornos de grão aumentam a possibilidade da minimização da energia nas interfaces por fragmentação da perlita, auxiliando a esferoidização.

Embora as interfaces ferrita-cementita contribuam como barreiras contra a movimentação de discordâncias, criando acúmulo de tensões localizadas devido às interações de deslocamento mútuas, Makarov et al. (MAKAROV et al., 2011) afirma que a esferoidização da cementita é proporcionada também por conta da difusão causada por carregamentos cíclicos.

Na figura 12 estão representados os difratogramas das amostras como recebida (NT), amostras do procedimento de flexões (1P-5P) e a amostra após a aplicação como armadura de tensões (T). Pode-se notar a presença de três picos distintos: O pico relacionado aos planos (110), o pico relacionado aos planos (200) e o pico relacionado aos planos (211), correspondentes a fase ferrita.

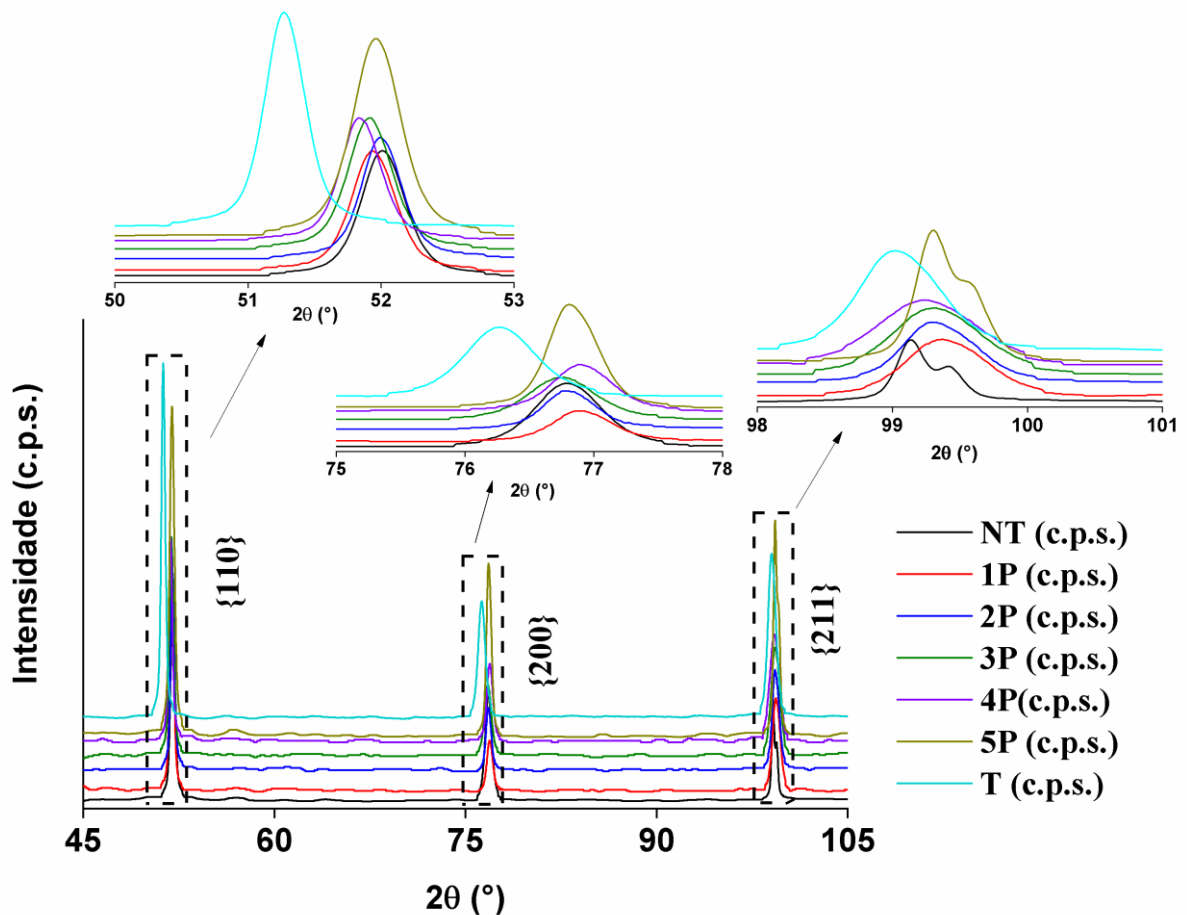


Figura 12: Difratogramas das amostras analisadas.

Fonte: Autor.

A partir destes difratogramas foi feito o refino pelo método de Ungár (RIBÁRIK; GUBICZA; UNGÁR, 2004; RIBÁRIK; UNGÁR; GUBICZA, 2001), cujos parâmetros obtidos estão apresentados na Tabela 2 e na Figura 13. As amostras de 1P a 5P e a amostra T apresentam desvio na posição central dos picos, comparadas a posição dos picos da amostra NT. Esse

desvio, representado pela microdeformação, é causado pelas distorções na rede cristalina, sendo estas distorções de compressão (onde o pico é desviado para a esquerda) e distorções de distensão (onde o pico é desviado para a direita). A intensidade dos picos cai ligeiramente **durante** o procedimento de flexões (amostras **1P** a **4P**), mas volta a crescer com o fim do procedimento (amostra **5P**). O terceiro pico, relacionado a família de planos {211} é constituído por dois picos. Durante o procedimento, o segundo pico constituinte é ligeiramente desviado, para a esquerda, mas não ocorre aumento na intensidade deste pico; para a amostra **T** esse segundo pico é desviado ainda mais para a esquerda, aumentando a intensidade do pico relacionado a família de planos {211}. A amostra **5P** e a amostra **T** evidenciam aumento em todos os picos, mas apenas a amostra **T** evidencia desvio em relação a posição central dos picos.

Tabela 2: Parâmetros de rede obtidos da análise de DRX.

NT					
Posição do Pico (°)	h	k	l	d-spacing(Å)	ama(Å)
52,01	1	1	0	0,392193	0,277322
76,79	2	0	0	0,555556	0,277778
99,13	2	1	1	0,680842	0,277952
1P					
Posição do Pico (°)	h	k	l	d-spacing(Å)	ama(Å)
51,93	1	1	0	0,391632	0,276926
76,89	2	0	0	0,556167	0,278084
99,37	2	1	1	0,682055	0,278448
2P					
Posição do Pico (°)	h	k	l	d-spacing(Å)	ama(Å)
51,99	1	1	0	0,392053	0,277223
76,79	2	0	0	0,555556	0,277778
99,29	2	1	1	0,681651	0,278283
3P					
Posição do Pico (°)	h	k	l	d-spacing(Å)	ama(Å)
51,91	1	1	0	0,391491	0,276826
76,77	2	0	0	0,555433	0,277717
99,31	2	1	1	0,681752	0,278324
4P					
Posição do Pico (°)	h	k	l	d-spacing(Å)	ama(Å)
51,83	1	1	0	0,390930	0,276429
76,89	2	0	0	0,556167	0,278084
99,23	2	1	1	0,681348	0,278159
5P					
Posição do Pico (°)	h	k	l	d-spacing(Å)	ama(Å)
51,97	1	1	0	0,391912	0,277124
76,81	2	0	0	0,555678	0,277839
99,31	2	1	1	0,681752	0,278324
T					
Posição do Pico (°)	h	k	l	d-spacing(Å)	ama(Å)
51,27	1	1	0	0,386993	0,273646
76,27	2	0	0	0,552368	0,276184
99,01	2	1	1	0,680234	0,277704

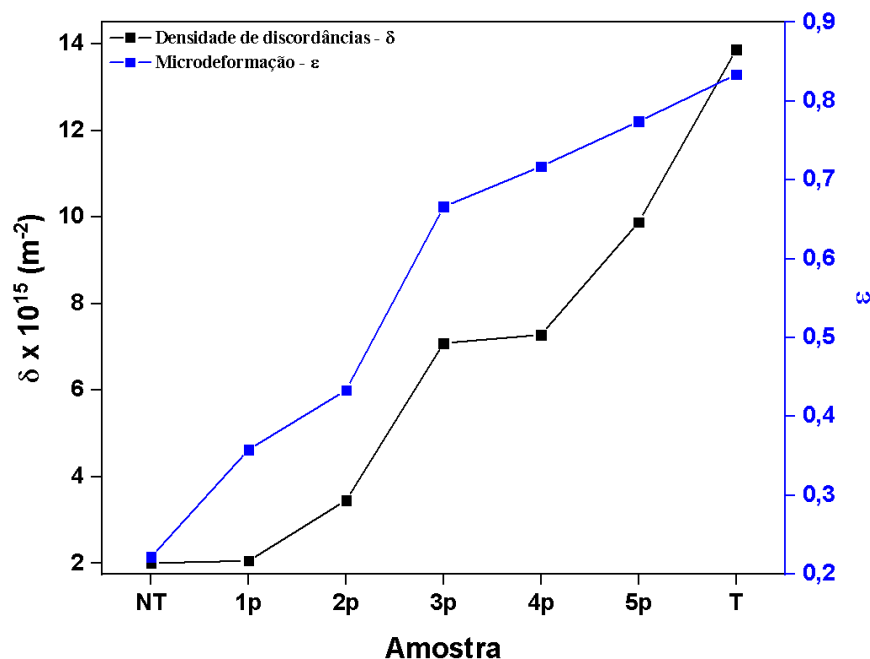


Figura 13: Microdeformação e Densidade de discordâncias das amostras obtidas pelo refino do difratograma (método de Ungár).

Fonte: Autor.

O cálculo de microdeformações e densidade de discordâncias foram feitos com 5 repetições, a fim de que se tenha um espaço amostral e desvio padrão destas grandezas, reduzindo os efeitos de erro que possam ser ocasionados pelo padrão de hexaborreto de lantânio (LaB_6). Estes dados estão apresentados na Tabela 3 a seguir.

Tabela 3: Parâmetros obtidos com o refino da análise por DRX – Densidade de discordâncias (δ) e Microdeformação (ϵ).

Amostra	$\delta \times 10^{15} \text{ (m}^{-2}\text{)}$	$\epsilon \times 10^{-3} \text{ (u.a.)}$
NT	2,01086 ($\pm 3,47$)	0,22178 ($\pm 2,64$)
1p	2,05877 ($\pm 2,49$)	0,35803 ($\pm 3,17$)
2p	3,45776 ($\pm 2,13$)	0,4335 ($\pm 1,25$)
3p	7,08982 ($\pm 4,86$)	0,6661 ($\pm 2,71$)
4p	7,28389 ($\pm 3,44$)	0,71734 ($\pm 3,72$)
5p	9,886 ($\pm 4,76$)	0,77438 ($\pm 5,23$)
T	13,866 ($\pm 6,92$)	0,83361 ($\pm 8,58$)

A quantidade de discordâncias por centímetro quadrado em materiais deformados, segundo Santos (SANTOS, 2006), é da ordem de 10^{11} a 10^{12} unidades por centímetro quadrado

(10^{14} a 10^{15} unidades por metro quadrado). As amostras estudadas apresentaram densidade de discordâncias variando entre 2 e 14×10^{15} unidades por metro quadrado, portanto, as amostras em questão condizem com a literatura.

A microdeformação, como observada pelos difratogramas, é relacionada majoritariamente a distorções de compressão, a qual aumenta com o procedimento de flexões (amostras **1P** – **5P**) e a aplicação como armadura de tensões (**T**). A densidade de discordâncias aumenta expressivamente nas amostras **1P** a **5P** e na amostra **T**, comparadas a amostra **NT**. As discordâncias provocam distorções na rede cristalina, e um aumento expressivo na densidade de discordâncias é um dos fatores para aumento nas distorções na rede cristalina, correlacionando estas duas grandezas. (SANTOS, 2006)

Vale salientar que o refino ocorrido nas amostras, onde há redução de partículas de cementita com diâmetros maiores que 400nm para tamanhos menores é responsável pelo aumento da interface ferrita-cementita, o qual também é responsável pelas distorções na rede cristalina.

3.2.2 Análise da microdureza

Na Figura 14 estão apresentadas a distribuição da microdureza das amostras de acordo com a sua espessura na *cross-section*. Na Tabela 4 estão apresentados os valores de microdureza média e desvio padrão.

A deformação nas amostras (após o procedimento de flexões e a aplicação como armadura de tensões), como observado no difratograma, aumenta consideravelmente a densidade de discordâncias, proporcionando aumento da resistência do material (encruamento). Devido a este fenômeno, observa-se um aumento da microdureza das amostras após o procedimento de flexões (**5P**) e após a aplicação como armadura (**T**), comparadas a amostra como recebida (**NT**).

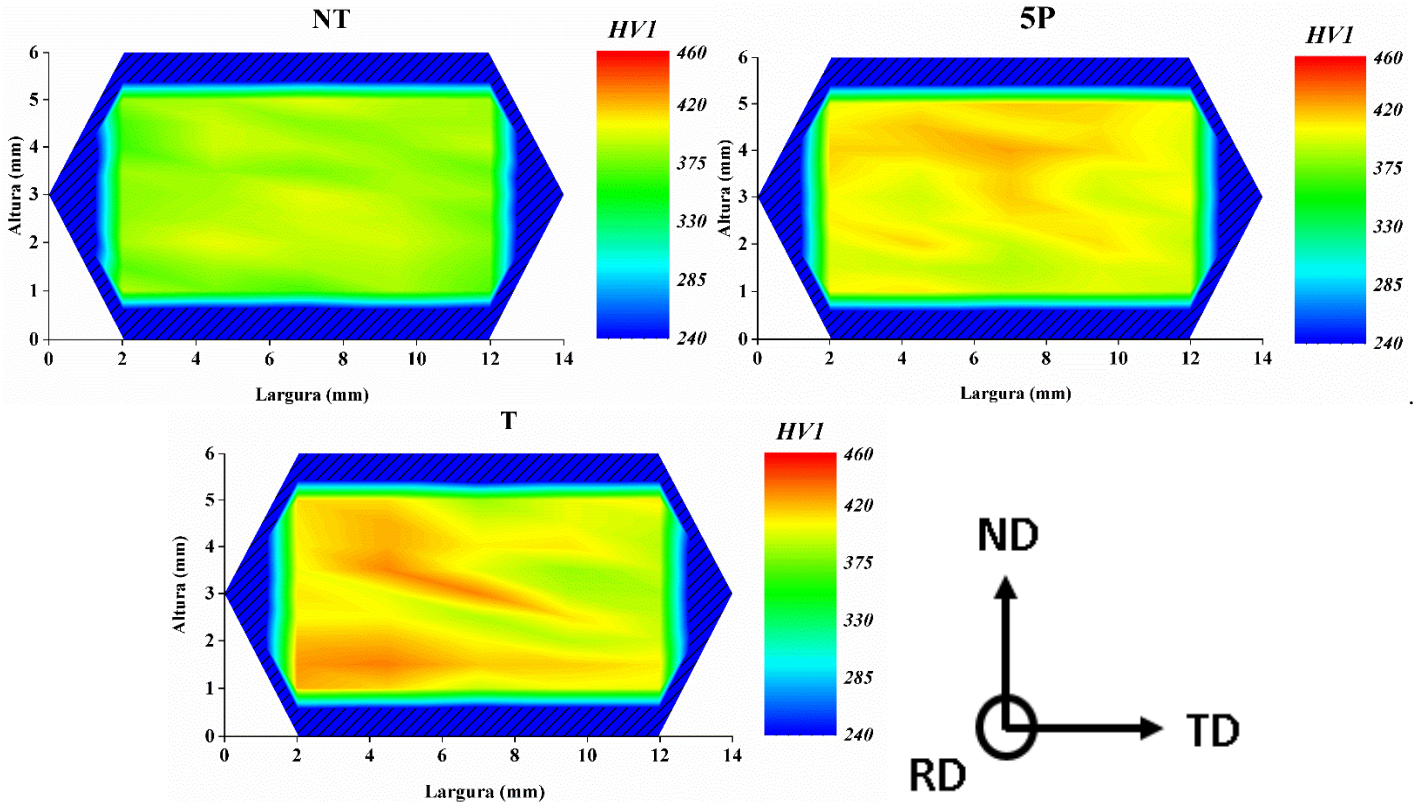


Figura 14: Microdureza das amostras analisadas.

Fonte: Autor

Tabela 4: Microdureza das amostras analisadas

Amostra	Mic. Média (HV1)	D. Padrão
NT	384	± 7,36
5P	410	± 6,59
T	420	± 8,43

3.2.3 Análise da macrotextura

A textura em chapas laminadas é geralmente representada por $\{h k l\} \langle u v w \rangle$, significando que os planos $\{h k l\}$ dos grãos estão paralelos a superfície da chapa, e que as direções $\langle u v w \rangle$ estão orientadas paralelas a direção de laminação. Essas descrições e métodos de raios-X podem ser encontrados em diversos autores, como por exemplo, Cullity. (CULLITY, 1956)

A análise de textura foi feita com a incidência dos raios na superfície das amostras, visto que a textura mostrada evidenciaria componentes com direções paralelas à direção de laminação (RD). Assim, a compreensão das componentes fica mais compreensível, pois as

tensões das camadas de tração atuam no sentido paralelo a RD. Nas figuras 15, 16, 17 e 18 a seguir estão apresentadas as funções de distribuição de orientações (ODF, $\phi_2 = 45^\circ$), derivada do DRX das amostras como recebida (**NT**), durante o procedimento de flexões (**1P** a **5P**) e a amostra após a aplicação como armadura de dutos flexíveis (**T**), como também algumas orientações ideais, ao longo das fibras RD e ND para aços laminados. Apresenta-se também os desenvolvimentos das fibras principais com o processo de deformações e aplicação como armadura em dutos flexíveis.

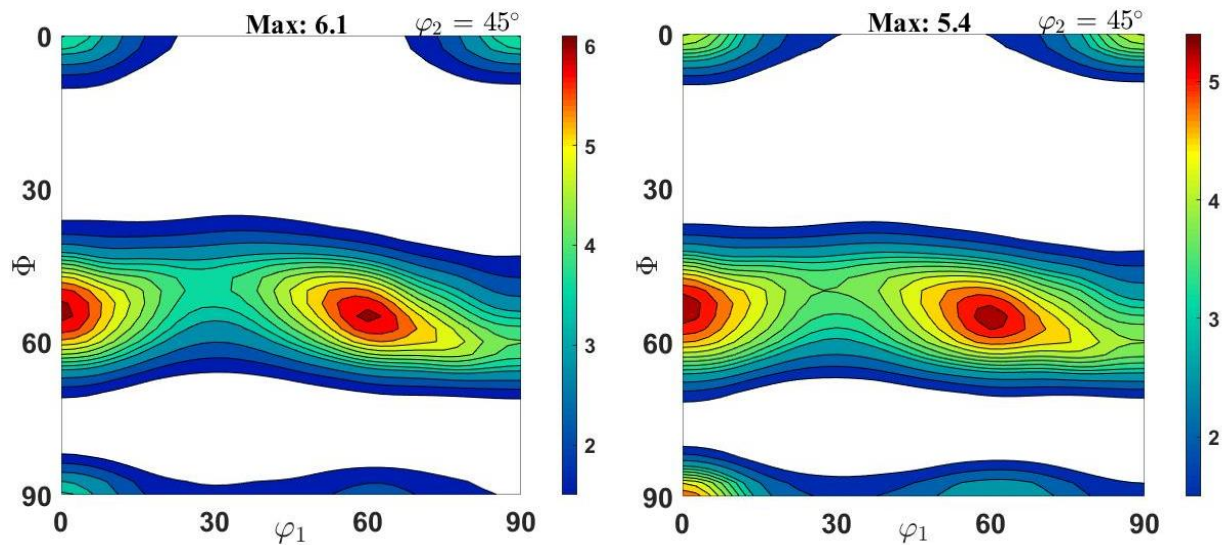


Figura 15: Texturas das amostras **NT** (I) e **T** (II).

Fonte: Autor.

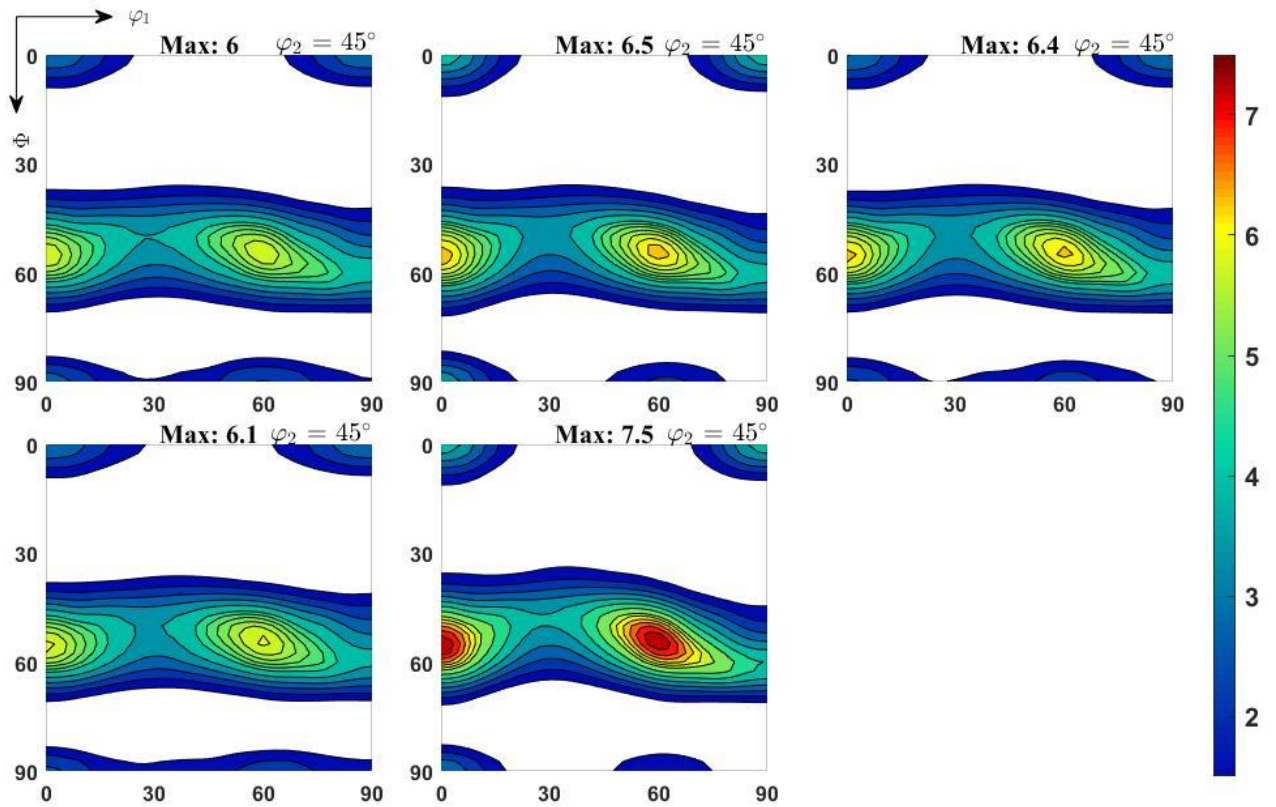


Figura 16: Texturas durante o procedimento de flexões. Da esquerda para direita, na primeira fileira 1P até 3P. Da esquerda para direita, segunda fileira: 4P e 5P.

Fonte: Autor.

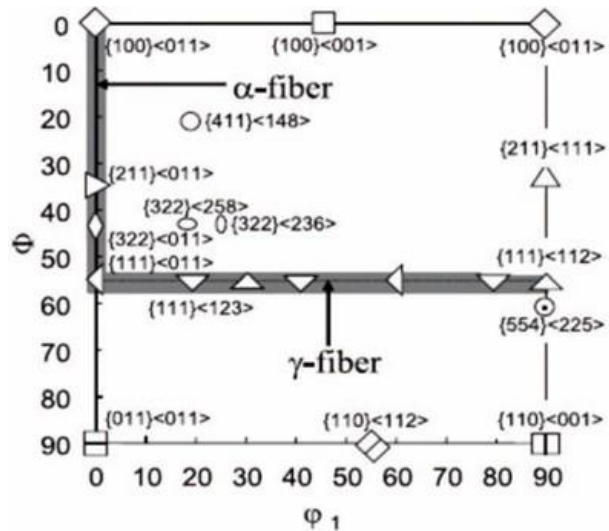


Figura 17: Componentes de textura comuns em estruturas CCC.

Fonte: Adaptado de Annan et. al (K.A. ANNAN; C.W. SIYASIYA; W.E. STUMPF, 2013).

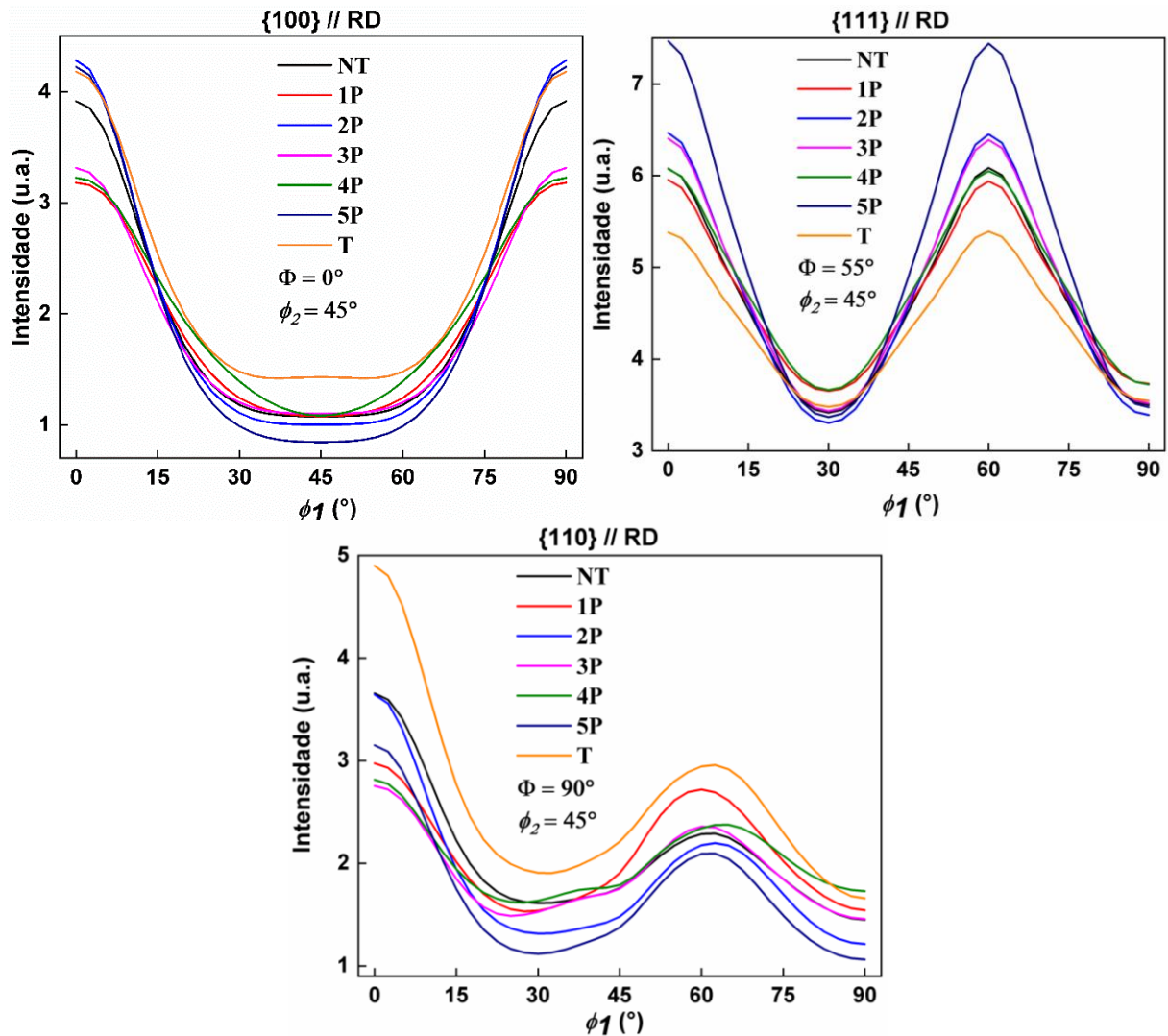


Figura 18: Desenvolvimento das fibras principais ao longo de ϕ_1 (*Surface Plan*).

Fonte: Autor.

Os componentes de textura principais nas amostras foram: $\{111\} \langle 110 \rangle$, $\{001\} \langle 110 \rangle$, e $\{110\} \langle 110 \rangle$. Foi evidenciado que a intensidade da textura foi aumentada durante o procedimento de flexões, por conta do aumento de deformações, sendo a amostra **1P** com menor intensidade e a amostra **5P** a de maior intensidade.

A sequência de deformações elasto-plásticas e o encruamento do material geram acúmulo de discordâncias nos locais de maior concentração de energia, como contornos de grão ferríticos e interfaces ferrita-cementita, o que força a rotação de grãos, resultando na mudança de textura. (JIAO et al., 2020; MEHDI et al., 2020; TIAN et al., 2020)

A textura é um fator essencial que afeta a resistência mecânica dos materiais. Nos materiais laminados a quente, as texturas de transformação de fases são geralmente obtidas a

partir da apresentada na austenita prévia, a qual pode ser controlada durante o processo de laminação a quente. (RAY; JONAS, 2013)

A componente $\{100\} \langle 001 \rangle$ transforma-se na componente $\{001\} \langle 110 \rangle$, o que favorece a propagação de trincas e falhas, e, portanto, é indesejável. (TIAN et al., 2020) Essa componente está presente principalmente em materiais submetidos a processamentos termomecânicos e tratamentos térmicos. A componente $\{111\} \langle 110 \rangle$ é uma textura de laminação a frio, originada devido a mudança da estrutura pela deformação gerada, de uma orientação menos estável para esta orientação, mais estável. (XU et al., 2014)

As texturas formadas na laminação a quente são muito similares às texturas de laminação a frio, a qual geralmente só estabilizará certas orientações. As estruturas finais de laminação são geralmente similares, independente da composição e parâmetros de processamento. Então serão geradas fibras α e γ , as quais tendem a ser mais estáveis. (MEHDI et al., 2020)

A componente de textura de maior intensidade nas amostras como recebida e do procedimento é a $\{111\} \langle 110 \rangle$, a qual é uma textura benéfica para o material. Materiais orientados como $\{111\} // RD$ possuem boa resistência, pois esta orientação geralmente acarreta o efeito de aglomeração de discordâncias em grão, como também a rigidez dos grãos devido a estarem ligeiramente desviadas em relação aos sistemas de deslizamento ideais de uma estrutura cristalina CCC. A componente $\{110\} \langle 110 \rangle$ apresenta-se com menor intensidade em todas as amostras. A componente $\{001\} \langle 110 \rangle$, que é indesejável, aumenta durante o procedimento de flexões.

A componente $\{110\} \langle 110 \rangle$, também conhecida como Goss girada, geralmente é associada com deformação por cisalhamento durante a laminação a quente, no entanto, a origem desta componente é incerta, e, portanto, não há teoria cabível para sua formação. (XU et al., 2014) Segundo Mehdi et al. (MEHDI et al., 2020), a laminação predispõe a rotação dos grãos orientados como Goss girada para uma orientação mais estável, como a orientação $\{111\} \langle 110 \rangle$, formando assim a fibra γ . As componentes em $\{110\} // RD$ não são prejudiciais à resistência mecânica, pois possuem densidade planar alta para uma estrutura cristalina CCC. No entanto, os sistemas de deslizamento ideais estão contidos neste plano, podendo acarretar com mais facilidade o deslizamento dos planos com os esforços mecânicos nesta direção.

Na amostra **T** observa-se um aumento da componente indesejável $\{001\} \langle 110 \rangle$ e da componente Goss girada, sendo essas bem mais intensas comparadas com as outras

amostras, como também há a redução da intensidade da componente de laminação. Essa mudança favorece a propagação de trincas e falhas, pois a componente $\{001\} \langle 110 \rangle$ não possui sistemas de escorregamento suficientes e corresponde ao plano menos denso da estrutura CCC. (TIAN et al., 2020)

Devido ao aumento das tensões residuais promovidas pelo procedimento de enrolamento nas tubulações, decidiu-se realizar o estudo da evolução da textura na região de meia espessura (*Center plan*). As funções de distribuição de orientações (ODF, $\phi_2 = 45^\circ$), derivadas dos difratogramas das amostras do estudo estão apresentadas nas Figuras 19 e 20, e a análise do desenvolvimento das fibras está apresentada na Figura 21.

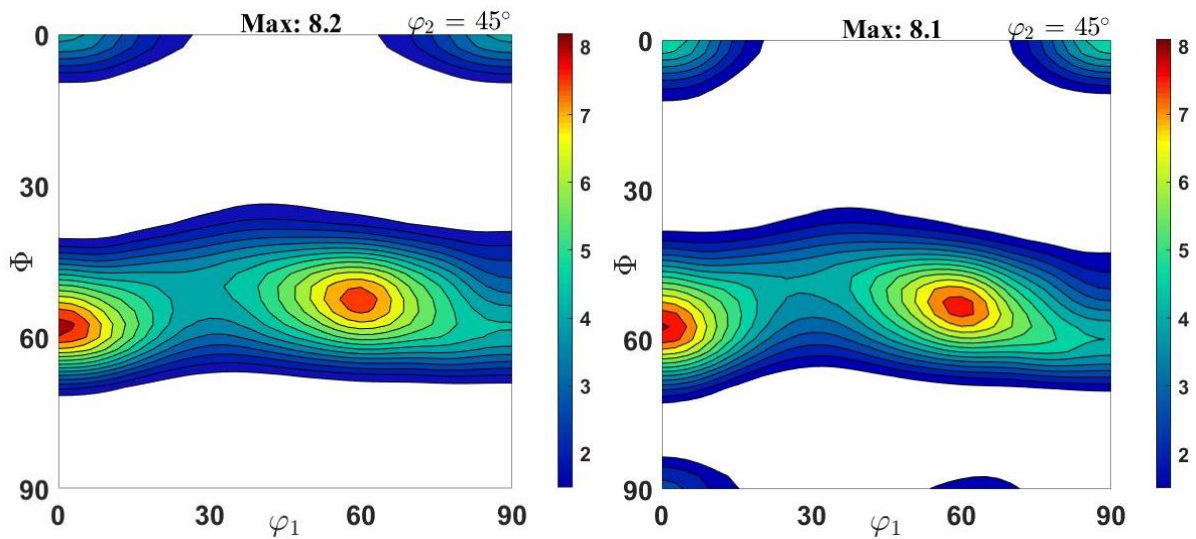


Figura 19: Texturas *Center plan* das amostras NT (I) e T (II).

Fonte: Autor

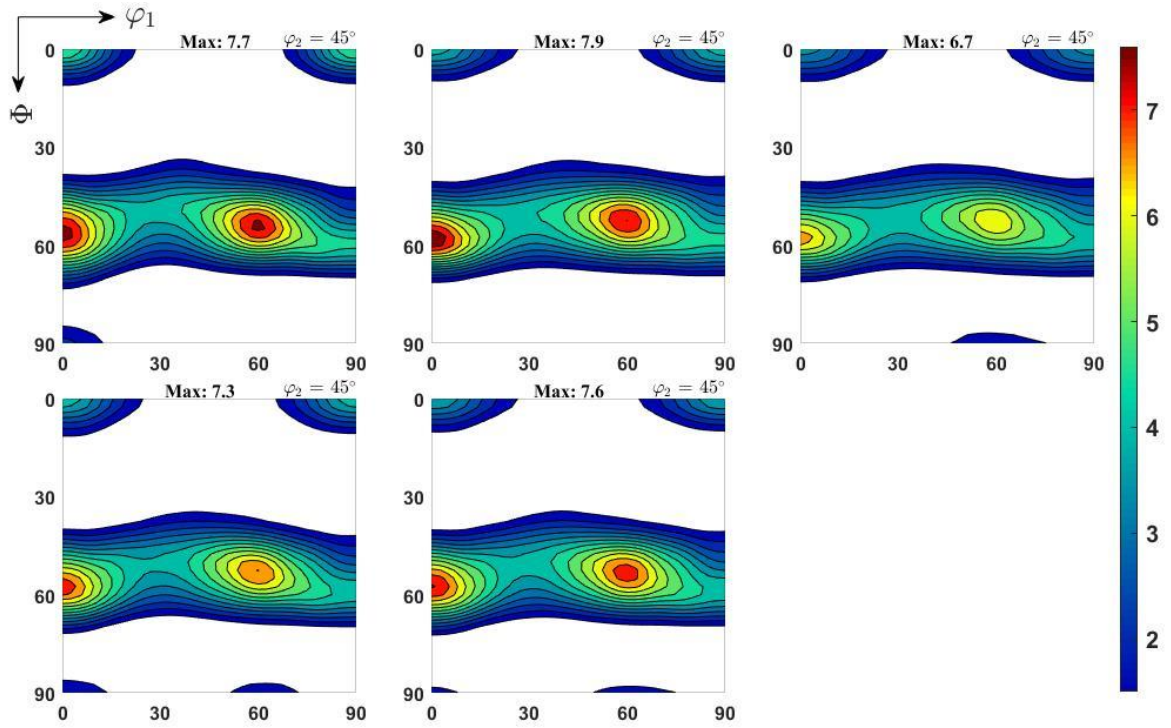


Figura 20: Texturas *Center plan* das amostras durante o procedimento de flexões. Da esquerda para direita, na primeira fileira: 1P até 3P. Da esquerda para direita, segunda fileira: 4P e 5P.

Fonte: Autor

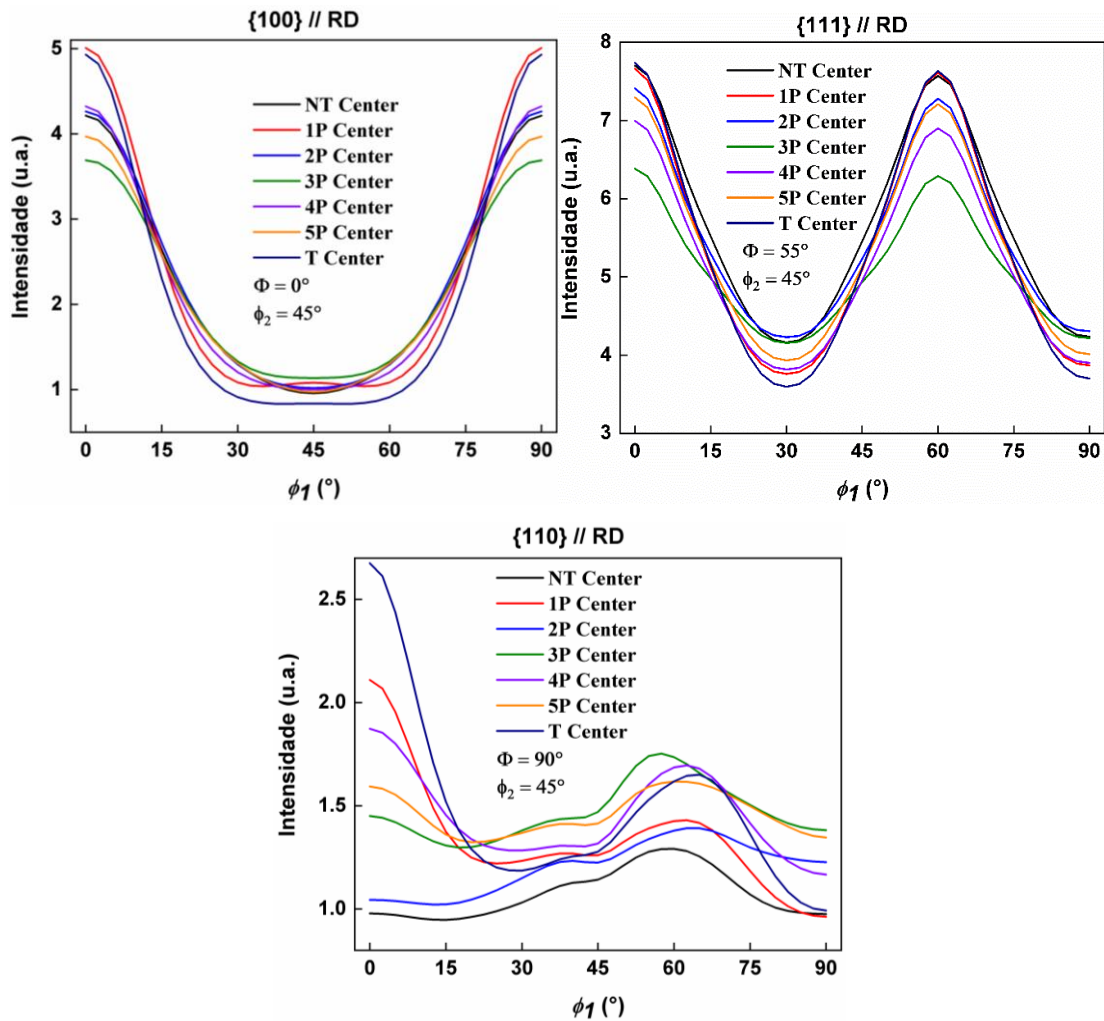


Figura 21: Desenvolvimento das fibras principais ao longo de ϕ_1 (*Center Plan*).

Fonte: Autor.

A análise das ODFs trata-se de uma análise de estatística e de probabilidade. A intensidade está relacionada com a quantidade de grãos orientados de acordo com o plano e a direção evidenciada na ODF. Com a redução de volume das amostras, há a redução de espaço amostral e dispersão de resultados, e, portanto, aumento na intensidade das orientações.

Pode-se observar aumento em quase todas as componentes para as amostras, no entanto, nas amostras **NT** e do procedimento de flexões praticamente há a remoção das componentes localizadas na fibra $\Phi=90^\circ \rightarrow 0^\circ < \phi_1 < 90^\circ$, ou seja, a componente $\{110\} \langle 110 \rangle$. (Goss girada) Como explicado anteriormente, a presença dessa componente é de origem incerta, mas está relacionado provavelmente com a ocorrência de cisalhamento. (XU et al., 2014)

Com a remoção destas componentes pode-se supor que os grãos orientados de acordo com essas componentes estão localizados próximos à superfície das amostras, ou seja, a provável ocorrência de cisalhamento ocorre nas proximidades da superfície do material de

estudo. Para a amostra **T** ainda há ocorrência destas componentes com intensidade maior que as outras amostras. No entanto, há redução dessas componentes, comparadas a análise de microtextura anterior, validando novamente a suposição de cisalhamento para este caso.

Corroborando com a suposição, texturas de cisalhamento (shear textures) são formadas geralmente nas periferias de amostras laminadas a quente ou trefiladas. Orientações como Cubo $\{100\} \langle 001 \rangle$ são rotacionadas para a orientação Goss $\{110\} \langle 001 \rangle$ ao longo do eixo $\langle 100 \rangle // RD$, como também pode haver formação de orientação tipo Brass (Latão) pela rotação de $\{001\} \langle 120 \rangle$ para $\{110\} \langle 112 \rangle$, ao longo do mesmo eixo. Como reportado por Jiang et. al (JIANG et al., 2021), mais de um quarto das orientações do tipo Cubo e $\{001\} \langle 120 \rangle$ são retidas nas regiões de superfície em amostras laminadas a quente mesmo após 88% de redução por laminação. Com a laminação a frio, as orientações Goss e Brass tendem a rotacionar para $\{111\} \langle 112 \rangle$ e $\{111\} \langle 110 \rangle$.

3.2.4 Análises por EBSD

Na Figura 22 a seguir estão apresentados os mapas de orientações (OIM) das amostras analisadas. O mapa Kernel Average Misorientation (KAM) para as mesmas regiões está apresentado na Figura 22. O mapa do Fator de Taylor para as mesmas regiões também está apresentado na figura 22 a seguir. O refinamento na matriz ferrítica, na amostra **NT**, indica alto nível de distorção local, indicando a ocorrência de encruamento durante o processo de fabricação. Nota-se a formação principalmente de planos orientados como $\{110\}$ e $\{111\}$, com direções específicas paralelas a direção normal. O KAM da região evidencia a deformação bem distribuída no interior dos grãos.

O fim do procedimento de deformações, representado pelo mapa da amostra **5P**, reorienta os grãos, preferencialmente para $\{112\}$ e $\{001\}$, com direções específicas paralelas a ND. A amostra fica ainda mais refinada, evidenciando aumento na distorção, o que indica a ocorrência de encruamento após o procedimento de flexões. O KAM da região evidencia deformação concentrada nos grãos orientados como $\{112\}$ (representados pela coloração rosa), enquanto os grãos orientados como $\{001\}$ estão mais livres de deformação. Comparada a amostra **NT**, não é uma mudança de orientação muito significativa, devido principalmente ao baixo índice de deformação.

O mapa da amostra **T** evidencia a ocorrência de outra reorientação, preferencialmente dos planos para a orientação $\{001\}$, com direções específicas paralelas a ND. A amostra fica ainda mais refinada, evidenciando aumento na distorção, indicando a ocorrência

de encruamento após a aplicação como armadura de tensões em dutos flexíveis. O KAM da região evidencia deformação bem distribuída nos grãos, e pode-se notar a presença de pequenas regiões com gradientes de *misorientation* mais elevados, em regiões de contornos de 3 ou mais grãos.

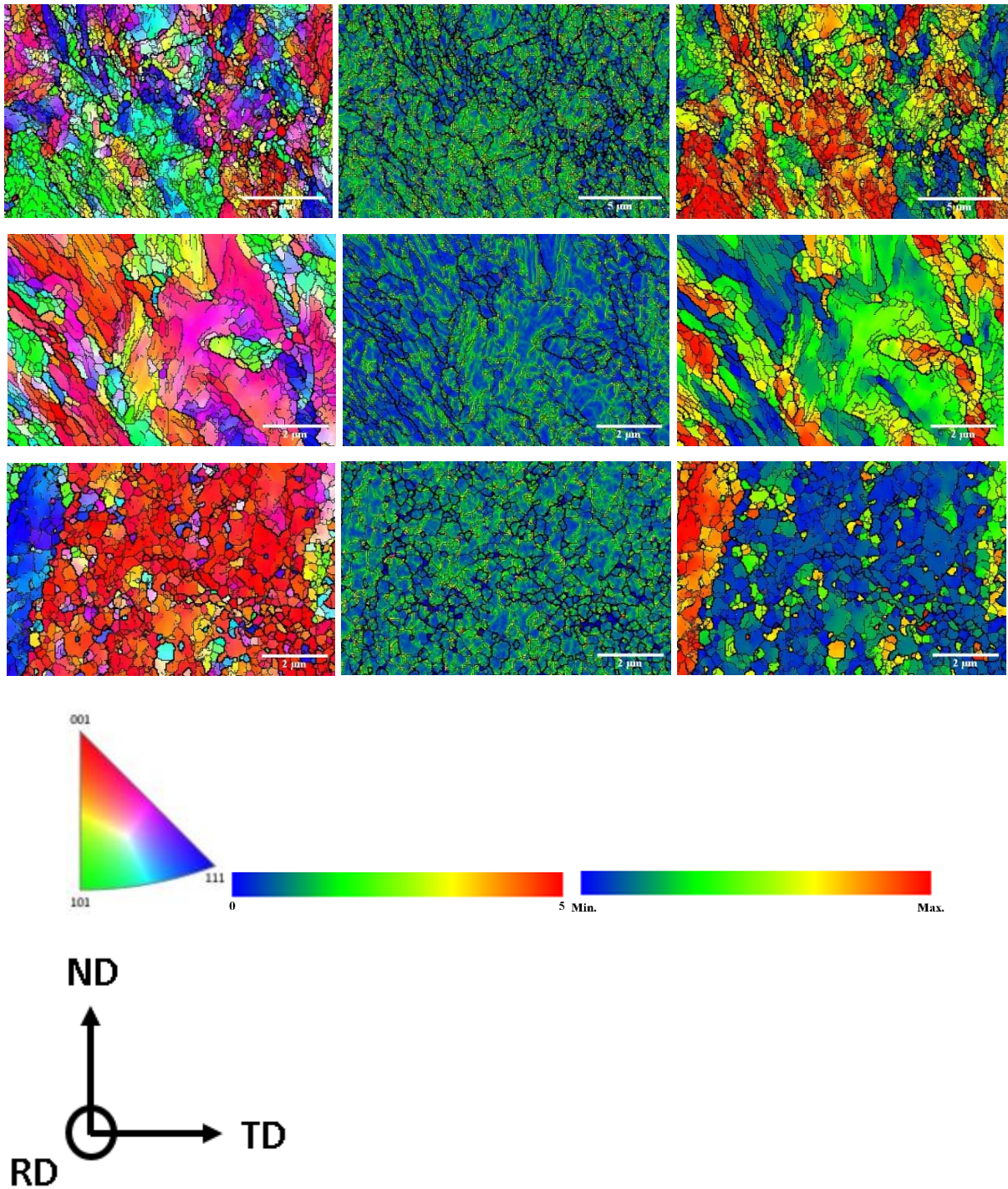


Figura 22: Mapas de orientação das amostras na direção Normal (ND), mapas *Kernel Average Misorientation* (KAM) de terceira ordem das amostras analisadas e análise de fases: I) NT; II) 5P; III) T; Escala de orientações (I), escala do KAM (II), escala do fator de Taylor (III).

Fonte: Autor.

O fator de Taylor (FT) pode prever o nível de resistência a deformação em um ponto específico e a orientação cristalográfica para um estado de tensão específico, rodeado por cristais vizinhos. A análise do FT também pode prever o nível de tensão induzido nos grãos, que é baseado nas famílias de sistemas de escorregamento. (TAYLOR, 1938) O fator de Taylor (FT) também é usado na análise do nível de deformação plástica, evidenciando a distribuição da orientação dos grãos. (KOCKS; MECKING, 2003; SHEN; LI; WEI, 2013)

Alguns grãos que já estão alinhados com a direção de aplicação da carga podem facilmente deslizar e deformar, pois a Tensão de cisalhamento crítica (τ_{crss}) é obtida. Esses grãos têm um valor de FT baixo. Por outro lado, também existem grãos que ainda não estão alinhados em planos de deslizamento em relação ao estado de tensão. Assim, deve haver algum tipo de rotação para uma nova posição para que haja o mínimo de τ_{crss} para o escoamento. Esses grãos, com FT moderado, são chamados grãos macios. Por fim, existem alguns grãos que não podem rotacionar a fim de que se formem os sistemas de escorregamento apropriados. Estes grãos são chamados de grãos duros ou rígidos, com alta resistência a deformação, sendo indicados pela coloração vermelha nos mapas de FT. Os grãos indicados com coloração amarela clara apresentam um caminho relativamente fácil para o escoamento, enquanto aqueles em coloração amarela escura e vermelha são resistentes à deformação. (MASOUMI; SILVA; DE ABREU, 2016)

Grãos com alto fator de Taylor tendem a ser resistentes ao escoamento, portanto, é esperado a ocorrência de fissuração transgranular. (ROACH et al., 2013). Fissuras intergranulares ocorrem ao longo dos caminhos de propagação de trincas entre grãos adjacentes identificados por diferentes incompatibilidades de fator de Taylor (Regiões de interfase de altos e baixos fatores de Taylor).

A amostra **NT** possui regiões com alto FT, preferencialmente em grãos orientados como $\{110\}$, que é perceptível também na amostra **5P**. Todas as amostras possuem regiões com baixo FT em grãos orientados como $\{001\}$. A amostra **T** possui alto FT em grãos orientados como $\{111\}$ e $\{110\}$, perceptível no canto superior esquerdo do mapa. Em todos os locais onde é evidenciado alto FT, nota-se a concentração de *misorientation*.

As discordâncias tendem a se mover com a deformação, sendo geradas no interior dos grãos e movimentando-se até encontrar uma barreira, no caso, contornos de grão. A movimentação de discordâncias geradas pela deformação é de suma importância, pois o material neste caso se comporta de modo que consegue estocar discordâncias, principalmente

em regiões de contornos o que aumenta sua resistência. Discordâncias dependem dos sistemas de escorregamento do material para sua movimentação, visto que uma orientação específica de um grão proporciona facilidade de movimentação de discordâncias em uma direção.

De acordo com o Fator de Taylor (FT), os grãos orientados como $\{100\}$ das amostras 5P e T possuem alta densidade de discordâncias, mas eles apresentam FT baixo. Esta configuração indica que as discordâncias ainda possuem mobilidade e que o grão tem tendência de deformar ou que haja cisalhamento. Nesta mesma amostra, os grãos orientados como $\{110\}$ e $\{111\}$ possuem densidade alta de discordâncias, mas FT alto, o que configura o aprisionamento das discordâncias em contornos de baixo ângulo, ocasionando assim o aumento da resistência mecânica do material. A amostra T apresenta a mesma configuração destas amostras, no entanto, possui maior densidade de grãos orientados como $\{100\}$ com baixo FT e alta densidade de discordâncias. Estas configurações demonstram o aumento da resistência do material com o procedimento de flexões, visto que ocorre aprisionamento de discordâncias, mas com a torção imposta no material ao ser aplicado como armadura de tração em dutos flexíveis essa resistência é diminuída, pois os grãos reorientados como $\{100\}$ possuem FT baixo, com tendência a deformar-se, proporcionando mobilidade às discordâncias, mas dificuldade de aprisionamento delas.

Nas Figuras 23 e 24 estão apresentados a distribuição de KAM das amostras, correspondendo aos mapas apresentados na Figura 22, como também os valores de distribuição dos fatores de Taylor. Para melhor compreensão da evolução da microestrutura, a análise de KAM foi utilizada para aferir a *misorientation* de um ponto referencial e seus 3 vizinhos mais próximos (KAM de terceira ordem). Um ângulo limite de 5° foi imposto para eliminar os efeitos de contornos de subgrão. (LEHTO, 2021; RUI et al., 2021)

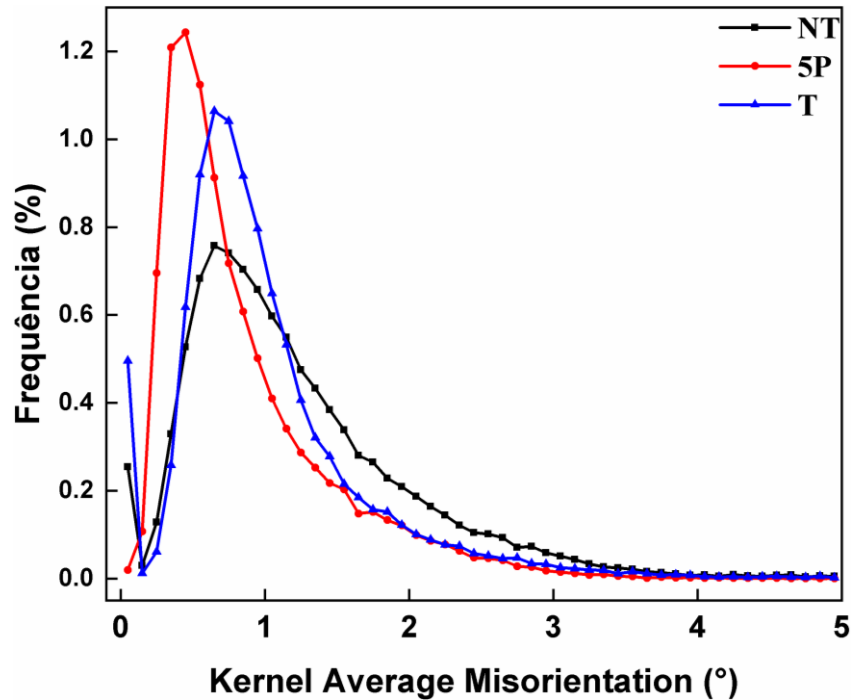


Figura 23: Distribuição do KAM de terceira ordem das amostras analisadas.

Fonte: Autor.

Os resultados indicam que os valores de KAM foram maiores na amostra **T** comparadas às amostras menos deformadas, evidenciando maior heterogeneidade estrutural, comparada às amostras **NT** e **5P**. Isso ocorre exatamente por conta das distorções na rede ocasionadas pela deformação. O aumento da distribuição de KAM, permanecendo homogêneo em toda a região analisada, evidencia que as amostras não sofrem recristalização dinâmica durante a deformação, pois nestes casos as discordâncias são consumidas para formação de contornos de alto ângulo (HAGBs) (ZHENG et al., 2021).

Na Figura 24 a seguir estão apresentadas as distribuições de Fator de Taylor (FT) das amostras analisadas. Na amostra **NT** são evidenciadas regiões com alto FT rodeadas com regiões com baixo FT, como também é evidenciado a predominância de grãos com alto FT, comparada às amostras **5P** e **T**. Os grãos com alto FT, como evidenciado na Figura 22, são orientados como $\{111\}$ e $\{110\}$.

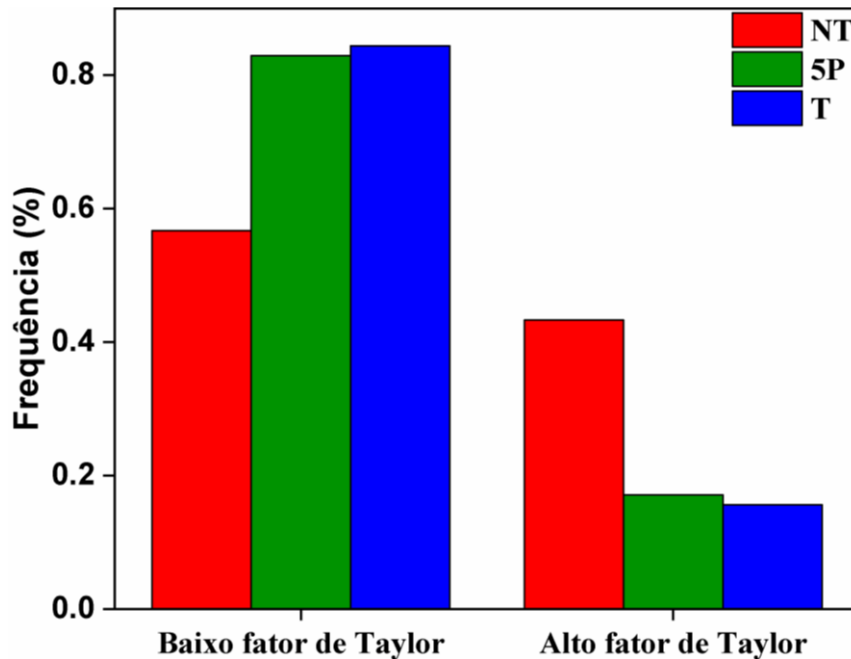


Figura 24: Valores de distribuição dos fatores de Taylor.

Fonte: Autor.

Os sistemas de deslizamento ativo dependem da orientação cristalográfica e das diferenças de tensão local perto dos contornos de grão entre grãos adjacentes (FUKUYA et al., 2011). Com o procedimento de deformações, na amostra **5P**, os grãos possuem ainda menor índice de FT, o qual é predominante dos grãos orientados como $\{112\}$ e $\{001\}$, observados na Figura 22. Os grãos orientados como $\{111\}$ e $\{110\}$ novamente apresentam alto FT para esta amostra. A aplicação como armadura de tensões que ocasiona torção, evidenciado pela amostra **T** reduz ainda mais o índice de FT, o qual é predominante pelos grãos orientados como $\{001\}$, observados na Figura 22. Com esta mudança, pode-se então atrelar a reorientação dos planos $\{111\}$ para orientações $\{112\}$ e $\{001\}$, com a redução do índice de FT, visto que a amostra **T**, onde há menos grãos orientados como $\{111\}$ possui menor índice de FT, ao contrário da amostra **NT**, onde há mais grãos orientados como $\{111\}$. As amostras **5P** e **T** possuem menores valores de FT, evidenciando menor resistência ao movimento de discordâncias. A amostra **NT**, no entanto, possui maior concentração de tensão nos contornos de grão, por isso, possui maior resistência à movimentação de discordâncias em regiões de contornos. Ou seja, o escoamento dos contornos é restrito pelos seus grãos vizinhos com alta divergência de tensões locais, colaborando com as orientações cristalográficas apresentadas. (MASOUMI; SILVA; DE ABREU, 2016)

Quando o ângulo entre dois grãos adjacentes é pequeno o bastante, essa desorientação ou *misorientation* pode ser acomodada por qualquer arranjo de discordâncias

(BURGERS, 1940; SUTTON; BALLUFFI; W. T. REYNOLDS, 1995; TAYLOR, 1938). Esta discordância gerada pela descontinuidade de dois grãos, com baixo ângulo entre eles é conhecida como **contorno de grão de baixo ângulo** ($0^\circ < \theta < 5^\circ$). É conhecido que o arranjo equilibrado de discordâncias discretas (Conhecidas também como discordâncias primárias de contornos de grão) com o vetor de Burgers \mathbf{b} com o mesmo sinal, podem ser representadas por uma rede periódica, ou muro. Contornos de grão inclinados são formados por discordâncias em aresta, enquanto contornos de grão torcidos consistem em um arranjo de discordâncias em hélice. O ângulo é relacionado ao tamanho do vetor de Burgers $|\mathbf{b}|$ e o espaçamento de discordâncias D , pela expressão:

$$|\mathbf{b}| = 2D \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)$$

Onde, para pequenos valores de $\sin(\theta/2)$, podem ser aproximados para $\theta/2$, e então: $\theta \approx |\mathbf{b}|/D$. Com o aumento de θ , D diminui para um valor tal que discordâncias perdem suas características e a teoria de discordâncias não pode ser atribuída para descrever a estrutura de contornos de grão. Geralmente, é assumido que o limite para a aplicação do modelo de discordâncias fica entre 13° e 15° (BRANDON, 1966), o que corresponde a aproximadamente o valor de $D \approx 4|\mathbf{b}|$. Esse limite foi provado experimentalmente. Por exemplo, medidas do ângulo de contato no sentido dos contornos de grão, na superfície do Bismuto evidenciaram a transição entre contornos de Baixo e Alto ângulo em 15° (GLICKSMAN; VOLD, 1972). As medidas da migração de contornos de grão planares em alumínio evidenciaram um limite entre baixo ângulo e alto ângulo de inclinação entre contornos de grãos $\langle 112 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$ em $13,6^\circ$ (GOTTSTEIN; SHVINDLERMAN, 2009).

De acordo com o limite de desorientação entre dois grãos adjacentes, como mencionado acima, o modelo de discordâncias da estrutura de contornos de grão falha, por conta de as discordâncias individuais não serem mais distinguíveis e se sobreporem umas às outras. Como resultado, a dependência angular da energia dos contornos de grão não se alinha com essa premissa. Um **contorno de grão de alto ângulo** é definido então por unidades estruturais repetidas que representam arranjos particulares de um limitado número de átomos ($15^\circ < \theta$).

Na Figura 25 a seguir estão apresentadas as distribuições de tipos de contornos de grão, sendo eles: LABs (*Low-Angle Boundaries*, ou contornos de grão de baixo ângulo, sendo $0^\circ < \theta < 5^\circ$); MABs (*Medium-Angle Boundaries*, ou contornos de médio ângulo, sendo

$5^\circ < \theta < 15^\circ$); HABs (*High-Angle Boundaries*, ou contornos de alto ângulo, sendo $15^\circ < \theta < x$) e CSL (*Coincident-Site Lattices*, conhecidos também como contornos de grãos especiais). Contornos especiais são geralmente incomuns ou de baixa relevância em aços perlíticos (frequência menor que 5%), e, portanto, não serão discutidos.

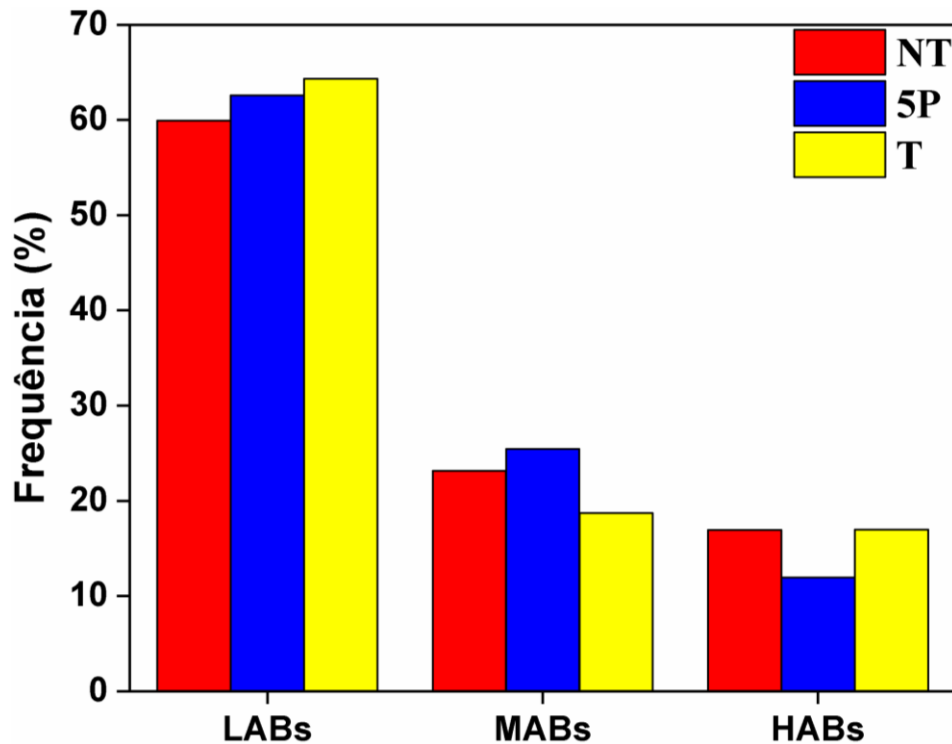


Figura 25: Tipos de contornos de grão apresentados na análise por EBSD.

Fonte: Autor.

Percebe-se nesta distribuição, a presença de maior fração volumétrica de LABs, devido ao procedimento de obtenção deste material. Embora este material tenha sido deformado pelo procedimento de flexões (Amostra 5P) e pela torção inerente da aplicação como armadura de tração em dutos flexíveis (Amostra T), esta fração aumenta da amostra NT a amostra T. Em relação aos contornos de ângulo intermediário (MAGBs), sua fração volumétrica aumenta com o procedimento de flexões, mas diminui para um nível ainda menor do que a amostra NT, com a aplicação como armadura de tração em dutos flexíveis (Amostra T). Em relação aos contornos de alto ângulo (HAGBs), a fração volumétrica da amostra 5P é menor que a amostra NT, podendo-se então afirmar a eliminação de HAGBs para formação de LABs e HAGBs. No entanto, a amostra T apresenta fração volumétrica parcialmente maior que a amostra NT. Neste caso, MAGBs são eliminados para geração de contornos de baixo e alto ângulo. HAGBs possuem maior energia estocada devido a maior distorção estrutural, e maior desorientação entre os grãos. Essa configuração, como reportado por Masoumi et. al (MASOUMI; SILVA;

DE ABREU, 2016), possibilita maior facilidade para nucleação de defeitos e facilita propagação de trincas, como também a alta fração volumétrica de HAGBs está relacionada com a baixa elongação e o comportamento de tensão em seu estudo.

Mykura et. al (MYKURA, 1980), concluiu que contornos de Coincident Site Lattice (CSL) são considerados como HAGBs com menor energia interna devido ao ângulo específico de desorientação, diminuindo a energia interna, mas aumentando as propriedades mecânicas, principalmente tensão. Estes contornos especiais geralmente estão relacionados à formação de maclas. Em aços perlíticos os contornos CSL estão em pouquíssima fração volumétrica, portanto possuem pouquíssima influência na resistência mecânica deste material. Dependendo da energia de falha de empilhamento do material (EFE), não é possível a formação de maclas, pois materiais com alta EFE não conseguem gerar estruturas de macla. Estes contornos considerados como CSL então agirão como HAGBs com alta energia interna, facilitando formação de defeitos e propagação de trincas. (ARAFIN; SZPUNAR, 2009)

3.3 Conclusões parciais do capítulo

Neste tópico são sumarizadas as conclusões relativas aos objetivos do capítulo 1:

Determinar os efeitos de deformações por flexão na microestrutura e textura de um aço perlítico com 0,74wt% C, com geometria semelhante ao material aplicado em dutos flexíveis:

- O procedimento de flexões proporciona um refino da microestrutura, sendo este refino mais expressivo na etapa final de deformação. A densidade de discordâncias aumenta e conseqüentemente a microdeformação na estrutura também aumenta, devido ao aumento de interfaces ferrita-cementita provocado pelo refino da microestrutura. A microdureza do material aumenta com o procedimento de flexões, o que corrobora com o aumento da densidade de discordâncias, evidenciando a ocorrência de encruamento.
- O procedimento de deformações por flexão aumenta a resistência do material, pois ocorre aumento da densidade de discordâncias em grãos com baixa tendência de deformação, enquanto a torção reduz a resistência, visto que a reorientação dos grãos para a orientação {100} deixa os grãos mais propícios a deformação e aumenta a mobilidade das discordâncias, evidenciado pela redução do Fator de Taylor.

- Em relação a textura, as fibras $\{100\} // RD$ e $\{110\} // RD$ se tornam menos expressivas com o procedimento de flexões, a sua intensidade diminui relativamente, no entanto, a fibra $\{111\} // RD$ aumenta. A análise de textura na superfície e no centro da amostra evidencia a presença da fibra $\{110\} // RD$ mais próxima a superfície, em decorrência da trefilação a frio durante a obtenção deste material. Estas componentes de textura são relacionadas a ocorrência de cisalhamento.

Correlacionar o efeito das deformações realizadas com as mudanças ocasionadas na microestrutura e textura na resistência do material:

- A análise por EBSD evidencia reorientação dos planos de $\{111\}$ para $\{100\}$ e $\{112\}$ com o procedimento de tensões, o que reduz a *misorientation* ponto a ponto, como mostrado pela análise de KAM, enquanto promove a redução do Fator de Taylor dos grãos, aumentando a propensão de deformações. Também ocorrem mudanças características nas análises de contornos de grão, visto que ocorre redução de contornos de alto e médio ângulo e aumento de contornos de baixo ângulo. Esta configuração corrobora com o observado na análise de Taylor e KAM.
- Os grãos após o procedimento de deformações possuem regiões com alta densidade de discordâncias e Fator de Taylor alto, o que indica a baixa mobilidade nas mesmas nessas regiões. Tal configuração é desejada em mecanismos de reforço da resistência mecânica. Os grãos após o procedimento de torção apresentam regiões com alta densidade de discordâncias com Fator de Taylor baixo, o que indica a propensão de alta mobilidade das mesmas e baixa resistência à deformação. Esta configuração não contribui com o reforço da resistência mecânica.

4 DETERMINAÇÃO DOS EFEITOS DE TRATAMENTOS TÉRMICOS DE RECOZIMENTO E TRATAMENTO ISOTÉRMICO NA MICROESTRUTURA E TEXTURA DE UM AÇO PERLÍTICO COM 0,74WT% C

Neste capítulo serão abordados os efeitos de tratamentos térmicos de recozimento e tratamento isotérmico na microestrutura e textura do material de estudo. Os fios de aço perlítico trefilado são amplamente utilizados como estrutura de engenharia devido a sua altíssima resistência e ductibilidade aplicável. Estes fios se tornam mais resistentes com os avanços tecnológicos de pesquisa, com valores de resistência beirando a 10 GPa. A microestrutura destes fios é de suma importância na sua resistência. A relação Hall-Petch afirma que a resistência dos aços perlíticos é interligada com sua microestrutura, dependendo principalmente da espessura e do espaçamento das lamelas de cementita, sendo este espaçamento e espessura menores para maiores valores de resistência. Dos métodos utilizados para controle da microestrutura dos fios, e conseqüentemente as suas propriedades, destacam-se os tratamentos térmicos. Estudos no assunto comprovam melhoria considerável da ductibilidade com baixa redução de resistência em fios submetidos a recuperação em baixas temperaturas, evidenciando métodos de melhoria dos fios pouco explorados.

4.1 Procedimento experimental

O procedimento experimental utilizado para obtenção dos dados está apresentado na Figura 26 a seguir:

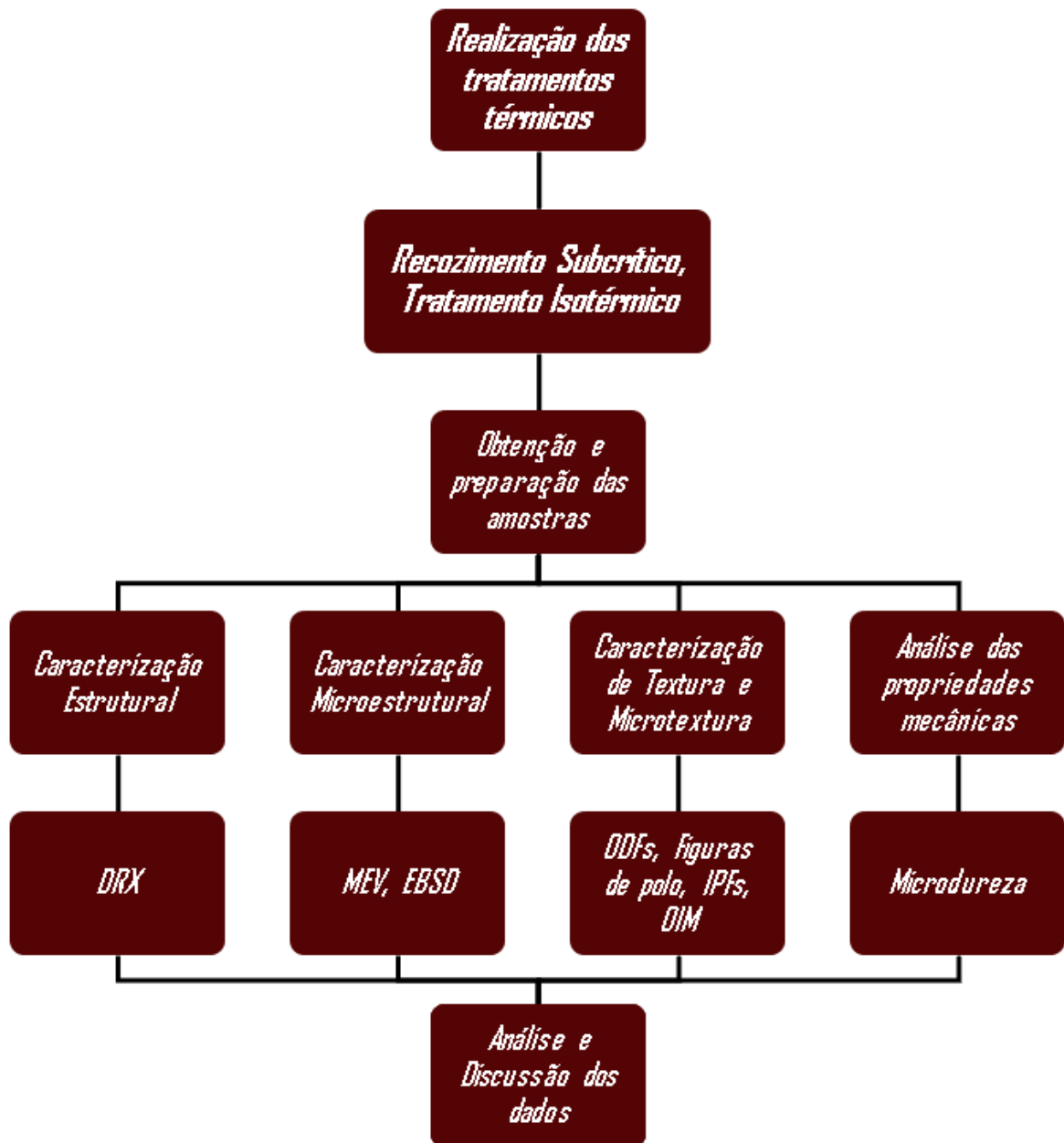


Figura 26: Procedimento realizado para obtenção dos dados.

Fonte: Autor.

O material de estudo foi submetido a tratamentos térmicos de recozimento subcrítico e isotérmico semelhante ao patenteamento, os quais são descritos a seguir. Estes tratamentos estão apresentados esquematicamente na Figura 27. O **recozimento subcrítico** consistiu em aquecimento do material, mantido por 2 horas a 700°C, seguido por têmpera em água. Este recozimento foi feito abaixo da linha **A₁** (**AC₁**) para que não ocorresse austenitização do material, a temperatura de 700°C foi estipulada para que favorecesse a difusão do carbono e a mudança da morfologia dos seus agregados (acicular para semi-esferoidizado). Para que

houvesse pouca mudança no tamanho dos grãos, foi estipulado o tempo de duas horas para este tratamento. A amostra é denominada **REC**.

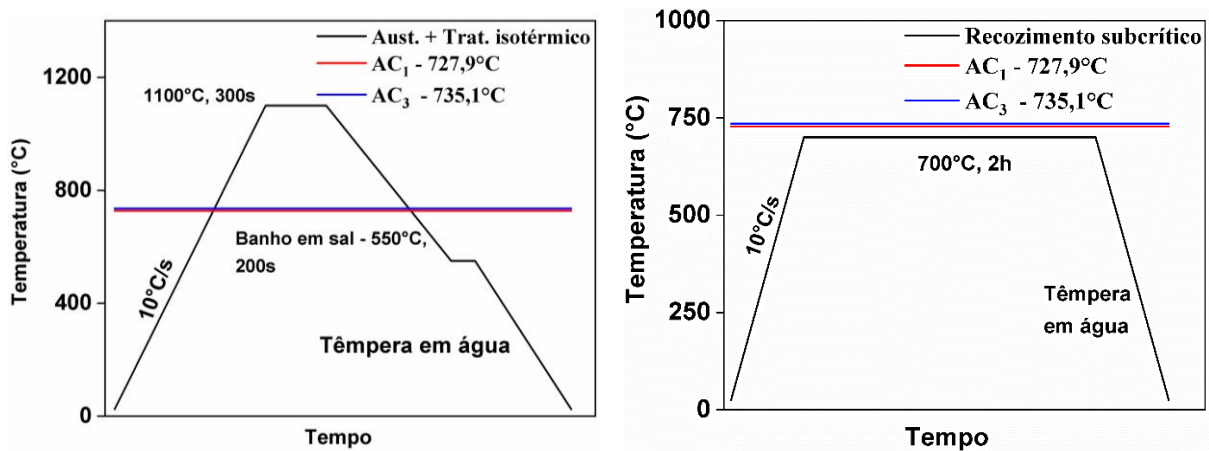


Figura 27: Esquemas representativos dos tratamentos térmicos realizados.

Fonte: Autor.

O **tratamento isotérmico** foi realizado austenizando o material a 1100°C por 5 minutos, tempo estimado por conta da curva TTA (*Time, Temperature, Austenitization*) deste material, para que haja aquecimento da amostra até a temperatura estipulada e manutenção da temperatura para homogeneização dos grãos de austenita, seguidas por banho isotérmico em sal a 550°C por 200 segundos. Esta temperatura de austenitização alta garante que seja necessário pouco tempo para austenitização e homogeneização da austenita no material. A amostra é denominada **ISO**.

Acima da linha **A₃** os grãos ferríticos pró-eutetóides se transformam em austenita, e dá-se início ao crescimento dos grãos austeníticos. No entanto, os grãos de austenita não estarão homogêneos, ou seja, há chances altas de nucleação e precipitação de carbonetos não dissolvidos na microestrutura ao invés das estruturas perlíticas lamelares, sendo estas as que ocorrem com mais facilidade a partir da austenita homogênea. Após certo tempo acima da linha **A₃** (**AC₃**) ocorre a homogeneização dos grãos, como observado no gráfico TTA.

As amostras homogeneizadas acima de **A₃** são então submetidas a banho de sal a 550°C por 200 segundos, seguido com têmpera em água. Os diagramas de Transformação isotérmica (TTT) e TTA deste material estão apresentados nas Figuras 28 e 29. Estes diagramas foram obtidos com o software *JMAT Pro*, onde são fornecidas a composição (*wt. %*) do material e a temperatura na qual será feita a austenitização do material de estudo. As curvas obtidas são simuladas da extensa *database* do programa, simulando as curvas a partir de uma ampla gama

de propriedades de materiais para ligas, sendo especialmente voltada para ligas multicomponentes usadas na prática industrial. (SAUNDERS et al., 2004)

A temperatura para a transformação isotérmica (550°) foi definida por conta das especificações do fabricante, para obtenção de **perlita fina** (espessura das lamelas abaixo de 100nm). Logo, a temperatura necessária seria na faixa de temperatura abaixo do joelho da curva de perlita. O tempo definido (**200s**), de acordo com o gráfico, é necessário para o término da transformação em perlita fina (atravessar a curva de 99,9% de perlita).

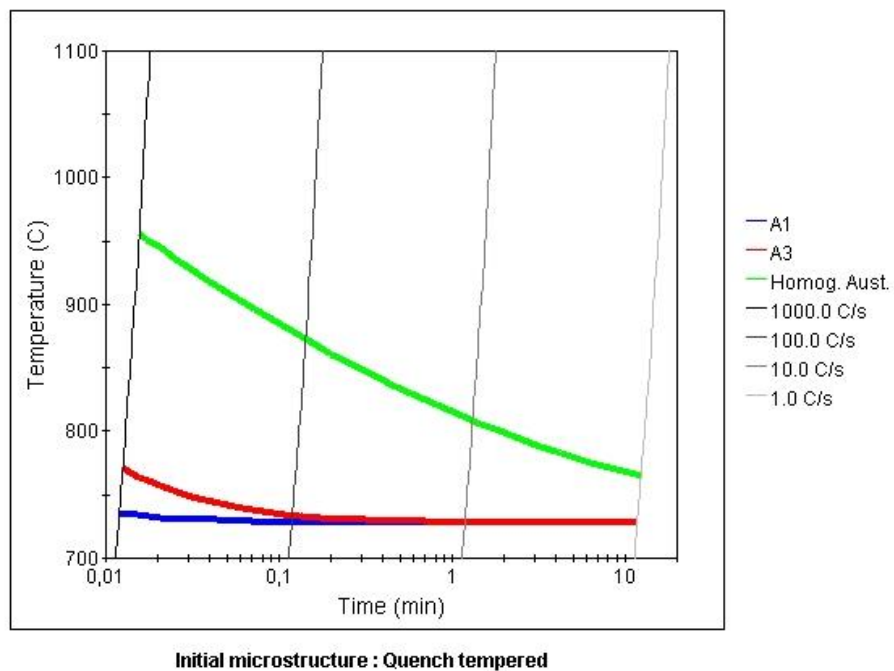


Figura 28: Diagrama TTA (*Time, Temperature, Austenitization*) do material de estudo.

Fonte: Autor

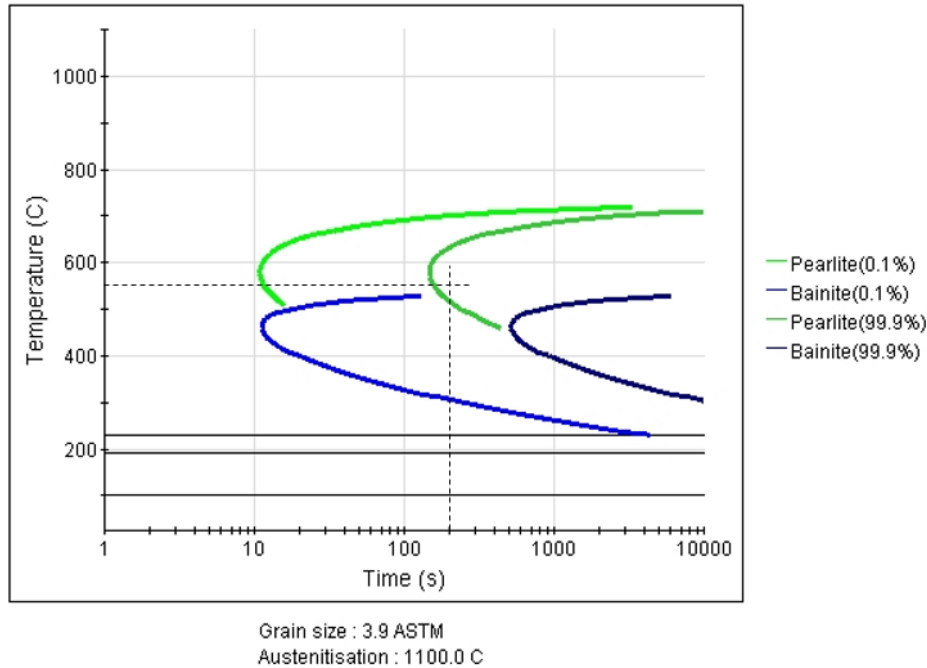


Figura 29: Diagrama TTT (*Time, Temperatura, Transformação*) do material do estudo.

Fonte: Autor.

4.2 Resultados

Nesta seção estão apresentados os resultados e discussões pertinentes ao cumprimento dos objetivos deste capítulo.

4.2.1 Caracterização estrutural e microestrutural

Com a intenção de estudar os efeitos de microestruturas distintas do material de estudo, foram feitos tratamentos térmicos a fim de obter uma microestrutura de cementita específica: globular ou esferoidizada, a partir de um recozimento subcrítico a 700°C (**REC**); e uma microestrutura de perlita fina, a partir de um tratamento de transformação isotérmica a 550°C (**ISO**). As micrografias destas microestruturas estão apresentadas na Figura 30. A amostra, como recebida (**NT**), também está na Figura 30.

Uma análise mais rigorosa destas micrografias aponta que as partículas de cementita na amostra recozida são maiores, comparadas à amostra como recebida, o que pode indicar uma perda na resistência mecânica, mas um aumento na ductibilidade, pois este aumento no tamanho de partículas pode ser indicativo da redução de barreiras para movimentação de discordâncias. Os gráficos apresentados na Figura 31 apresentam um comparativo da

distribuição de tamanhos de partícula e espessura das lamelas de cementita, nas amostras como recebida e tratadas termicamente.

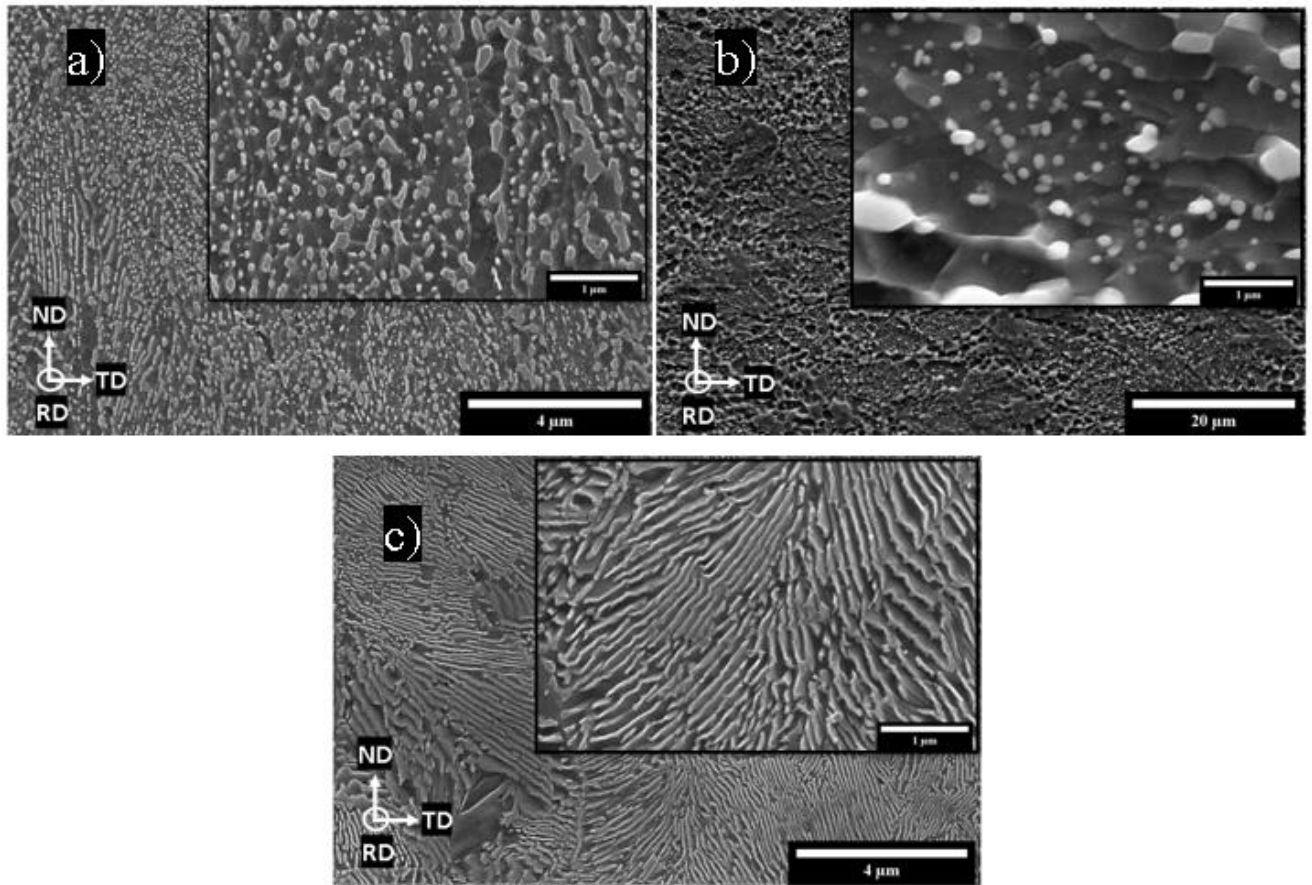


Figura 30: Micrografias das amostras de aço perlítico (0.74wt%C): a) Amostra **NT**; b) Amostra **REC**; c) Amostra **ISO**.

Fonte: Autor.

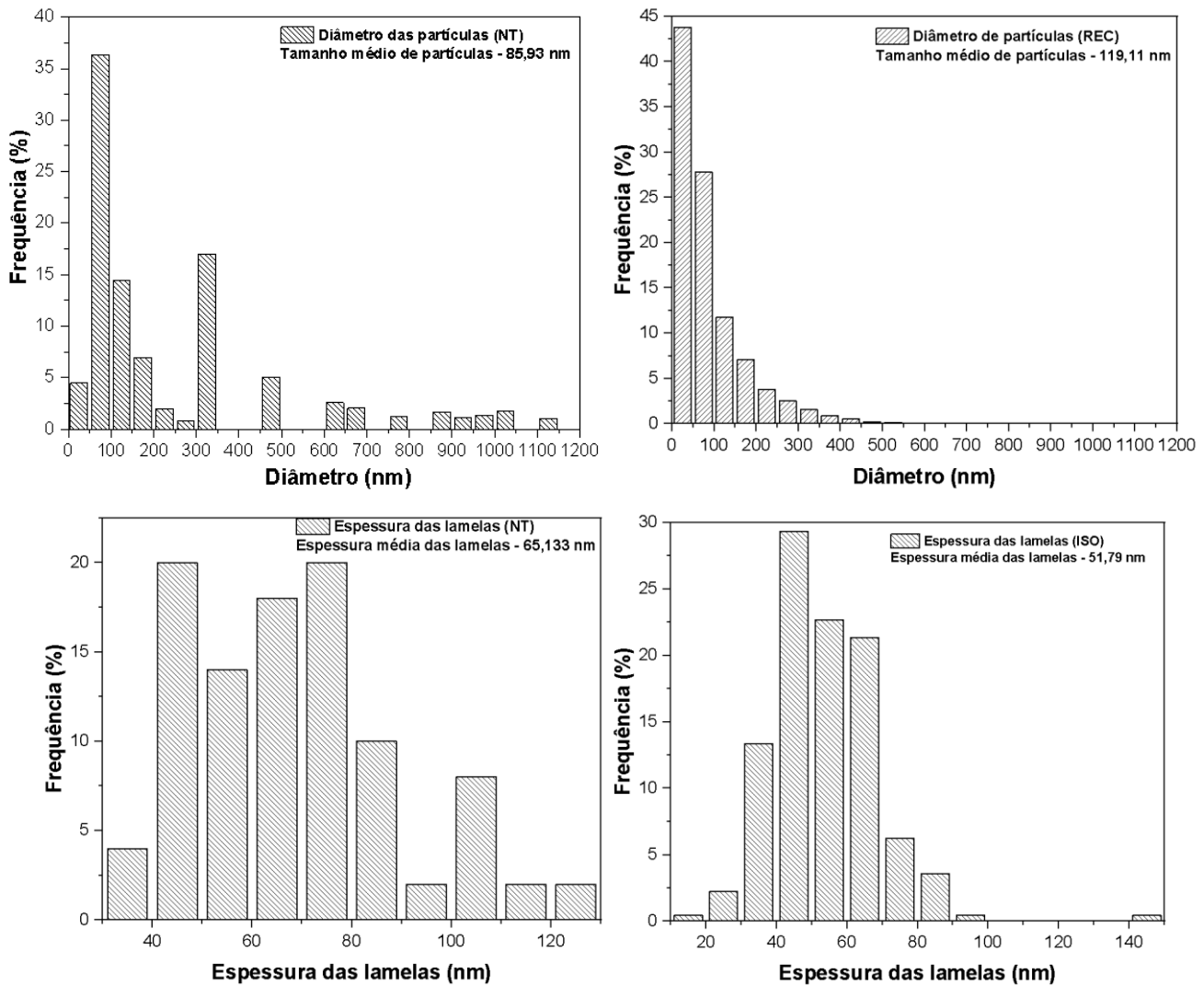


Figura 31: Tamanho de partículas e espessura das lamelas das amostras como recebida (NT) e tratadas termicamente (REC e ISO).

Fonte: Autor

O material como recebido, na Figura 30 a), apresenta microestrutura parcialmente de perlita fina (Espessura de lamelas aproximadamente 65 nm), como também presença de estrutura parcialmente esferoidizada (Diâmetro das partículas aproximadamente 86 nm), devido às condições de processamento prévias do material. Em aços perlíticos, a sua resistência mecânica é dependente do espaçamento entre as lamelas de cementita, aumentando a resistência com a diminuição do espaçamento. O tamanho das colônias de perlita fina também tem influência na resistência dos aços perlíticos, visto que colônias maiores apresentam menos fronteiras a movimentação de discordâncias no material, enquanto colônias de tamanho menor apresentam mais fronteiras, como dita a relação Hall-Petch. Dificultar a movimentação de discordâncias faz-se necessário o fornecimento de mais energia para que elas se movimentem

no material, ou seja, haja deformação plástica, e, portanto, aumentar a resistência do material. (HYZAK; BERNSTEIN, 1976)

A presença de microestrutura esferoidizada dispersa nos grãos de ferrita, é, segundo Oyama et al. (OYAMA, T; SHERBY, O. D.; WADSWORTH, J.; WALSER, 1984) responsável pelo aumento da ductibilidade, sem interferir na tensão de escoamento, visto que essa é dependente tanto do espaçamento das lamelas, como também do tamanho de grão de austenita prévio. Com o tratamento de recozimento, como evidenciado pela Figura 30 b), foi obtido uma microestrutura de predominância de cementita globular ou esferoidizada (Diâmetro médio de partículas aproximadamente 120 nm). Devido aos processos de transformação de fase, o equilíbrio local inicial será alterado, favorecendo a fragmentação das lamelas e deformando estes fragmentos, formando uma microestrutura composta por partículas esféricas, como apresentado na Figura 32 a seguir. (Y. L. TIAN, 1987)

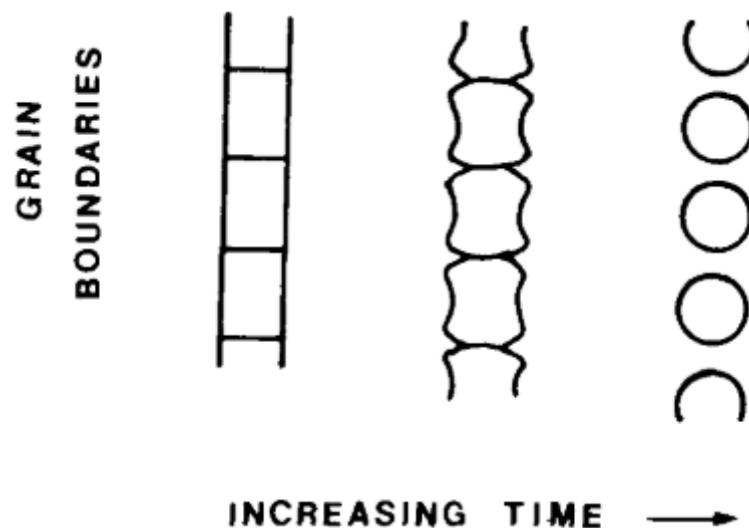


Figura 32: Representação esquemática do modelo proposto por Tian.

Fonte: (Y. L. TIAN, 1987)

Com o tratamento isotérmico por banho de sal, como apresentado na Figura 30 c), foi obtido uma microestrutura com predominância de lamelas de cementita finas (Espessura de lamelas aproximadamente 50 nm), dispostas em matriz de ferrita. Este tratamento produz lamelas mais finas do que outros processos industriais. (TALEFF; LEWANDOWSKI; POURLADIAN, 2002) É possível afirmar que este tratamento influencia diretamente na tensão de escoamento, visto que há ocorrência de austenitização das amostras, podendo gerar grãos grandes ou pequenos de austenita, e o espaçamento entre as lamelas pode aumentar ou diminuir.

O tratamento isotérmico proporcionou refino da microestrutura, pois a dispersão de dados é bem menor que o material como recebido. Além disso, a espessura das lamelas é 20,5% menor, comparada com a amostra como recebida, o que pode aumentar a resistência mecânica pela redução de interfaces ferrita-cementita, mas aumento de fronteiras para movimentação de discordâncias, visto que ocorre a completa remoção dos glóbulos de cementita. (HYZAK; BERNSTEIN, 1976)

O recozimento, por outro lado, aumenta em 38,6% o tamanho das partículas, comparada a amostra como recebida. Também pode-se observar a ocorrência do refino na microestrutura, pela redução da dispersão dos dados. Esse aumento no tamanho das partículas pode reduzir a resistência mecânica, mas aumentar a ductilidade do material. Vale salientar que também há redução das interfaces ferrita-cementita. (OYAMA, T; SHERBY, O. D.; WADSWORTH, J.; WALSER, 1984)

Na Figura 33 a seguir, estão representados os difratogramas das amostras **NT**, **REC** e **ISO**. Pode-se notar a presença de três picos distintos: O pico relacionado aos planos **{110}**, o pico relacionado aos planos **{200}** e o pico relacionado aos planos **{211}**, correspondentes a fase ferrita.

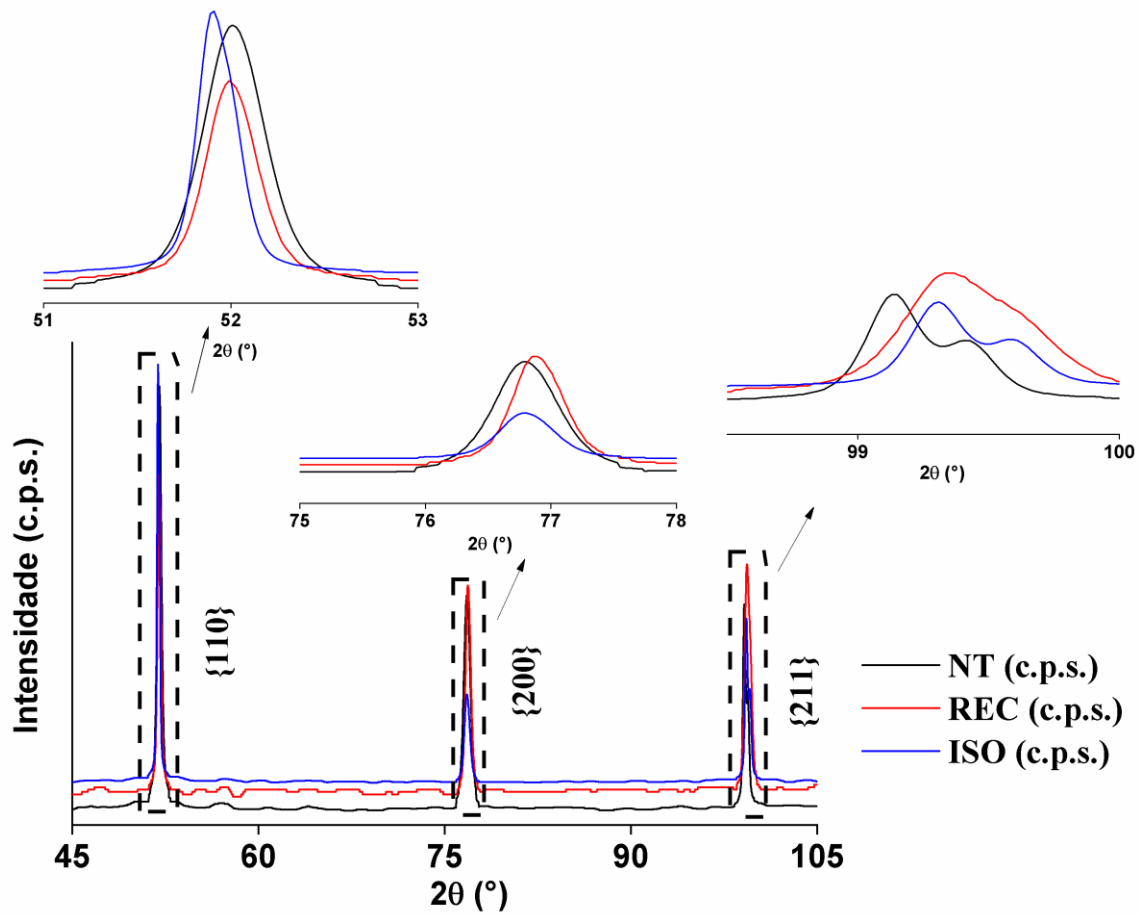


Figura 33: Difractogramas das amostras analisadas.

Fonte: Autor.

A partir destes difratogramas foi feito o refino pelo método de Ungár (RIBÁRIK; GUBICZA; UNGÁR, 2004; RIBÁRIK; UNGÁR; GUBICZA, 2001), cujos parâmetros obtidos estão apresentados na Tabela 5 e na Figura 34 a seguir. As amostras **REC** e **ISO** apresentam desvio na posição central dos picos, comparadas a posição dos picos da amostra **NT**. Esse desvio, representado pela microdeformação, é causado pelas distorções na rede cristalina, sendo estas distorções de compressão (onde o pico é desviado para a esquerda) e distorções de distensão (onde o pico é desviado para a direita).

A intensidade dos picos relativos às famílias de planos $\{200\}$ e $\{211\}$ é ligeiramente reduzida com o tratamento isotérmico e aumentada pelo recozimento. A intensidade do pico relacionado a família de planos $\{110\}$ é aumentada com o tratamento isotérmico, mas reduzido com o recozimento. O refino pelo método de Ungár determina que o centro do primeiro pico da amostra **NT** é anterior aos demais picos, divergindo dos difratogramas neste aspecto. Pode-se notar que em todas as amostras o pico relacionado a

família de planos {211} é constituído por dois picos distintos. Na amostra **REC** este segundo pico sofre um ligeiro desvio para a esquerda, aumentando a intensidade do primeiro pico.

Tabela 5: Parâmetros de rede obtidos da análise de DRX.

NT					
Posição do Pico (°)	h	k	l	d-spacing(Å)	a _{hkl} (Å)
51,81	1	1	0	0,392193	0,277322
76,79	2	0	0	0,555556	0,277778
99,13	2	1	1	0,680842	0,277952
REC					
Posição do Pico (°)	h	k	l	d-spacing(Å)	a _{hkl} (Å)
51,99	1	1	0	0,392053	0,277223
76,87	2	0	0	0,556045	0,278022
99,35	2	1	1	0,681954	0,278407
ISO					
Posição do Pico (°)	h	k	l	d-spacing(Å)	a _{hkl} (Å)
51,91	1	1	0	0,391491	0,276826
76,81	2	0	0	0,555556	0,277778
99,31	2	1	1	0,681752	0,278324

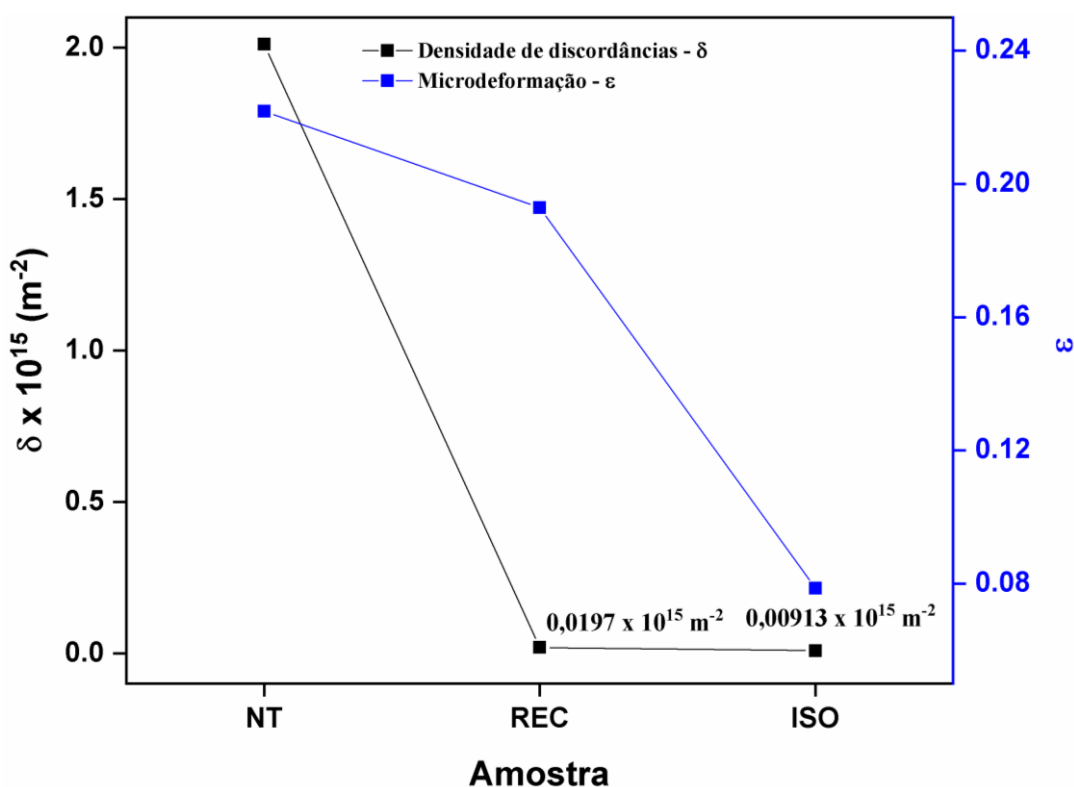


Figura 34: Microdeformação e Densidade de discordâncias das amostras obtidas pelo refino do difratograma (método de Ungár).

Fonte: Autor.

O cálculo de microdeformações e densidade de discordâncias foram feitos com 5 repetições, a fim de que se tenha um espaço amostral e desvio padrão destas grandezas,

reduzindo os efeitos de erro que possam ser ocasionados pelo padrão de hexaboreto de lantânio (LaB₆). Estes dados estão apresentados na Tabela 6 a seguir.

Tabela 6: Parâmetros obtidos com o refino da análise por DRX – Densidade de discordâncias (δ) e Microdeformação (ϵ).

Amostra	$\delta \times 10^{15} \text{ (m}^{-2}\text{)}$	$\epsilon \times 10^{-3} \text{ (u.a.)}$
NT	2,01086 ($\pm 3,47$)	0,22178 ($\pm 2,64$)
REC	0,01972 ($\pm 2,99$)	0,19286 ($\pm 3,22$)
ISO	0,00913 ($\pm 1,83$)	0,07869 ($\pm 4,17$)

A quantidade de discordâncias por centímetro quadrado em materiais não-deformados, segundo Santos (SANTOS, 2006), é da ordem de 10^6 a 10^8 unidades por centímetro quadrado (10^{10} a 10^{12} unidades por metro quadrado). As amostras tratadas termicamente apresentaram densidade de discordâncias de 9×10^{12} e 2×10^{13} unidades por metro quadrado, evidenciando a redução da densidade de discordâncias por conta dos tratamentos térmicos, comparadas a amostra **NT** (2×10^{15} unidades por metro quadrado).

A microdeformação, considerando o refino pelo método de Ungár, é majoritariamente relacionada a distorções de distensão, a qual diminui de acordo com os tratamentos térmicos, como evidenciado pela Figura 34. Esta redução está estritamente relacionada com as mudanças nas microestruturas, visto que ocorre redução das interfaces ferrita-cementita, a qual é responsável por distorções na rede cristalina e nas células unitárias. Os dois tratamentos também, pelos mecanismos de difusão, recuperação e recristalização também reduzem as distorções pela eliminação de discordâncias, refino das microestruturas e movimentação dos átomos de carbono, ocasionados pelos tratamentos térmicos realizados em altas temperaturas, como evidenciado pelas micrografias da Figura 30.

A densidade de discordâncias diminui expressivamente nas amostras tratadas termicamente, comparadas a amostra **NT**. As discordâncias também provocam distorções na rede cristalina, mas a redução expressiva na densidade de discordâncias é um dos fatores para aumento nas distorções na rede cristalina. (SANTOS, 2006)

4.2.2 Análise da microdureza

Os tratamentos térmicos ocasionaram mudanças nas propriedades mecânicas do material de estudo. O tratamento isotérmico aumentou a microdureza no material, enquanto o tratamento de recozimento subcrítico reduziu a microdureza, comparados a amostra como recebida (NT). Estas definições podem ser observadas na Figura 35 e Tabela 7 a seguir.

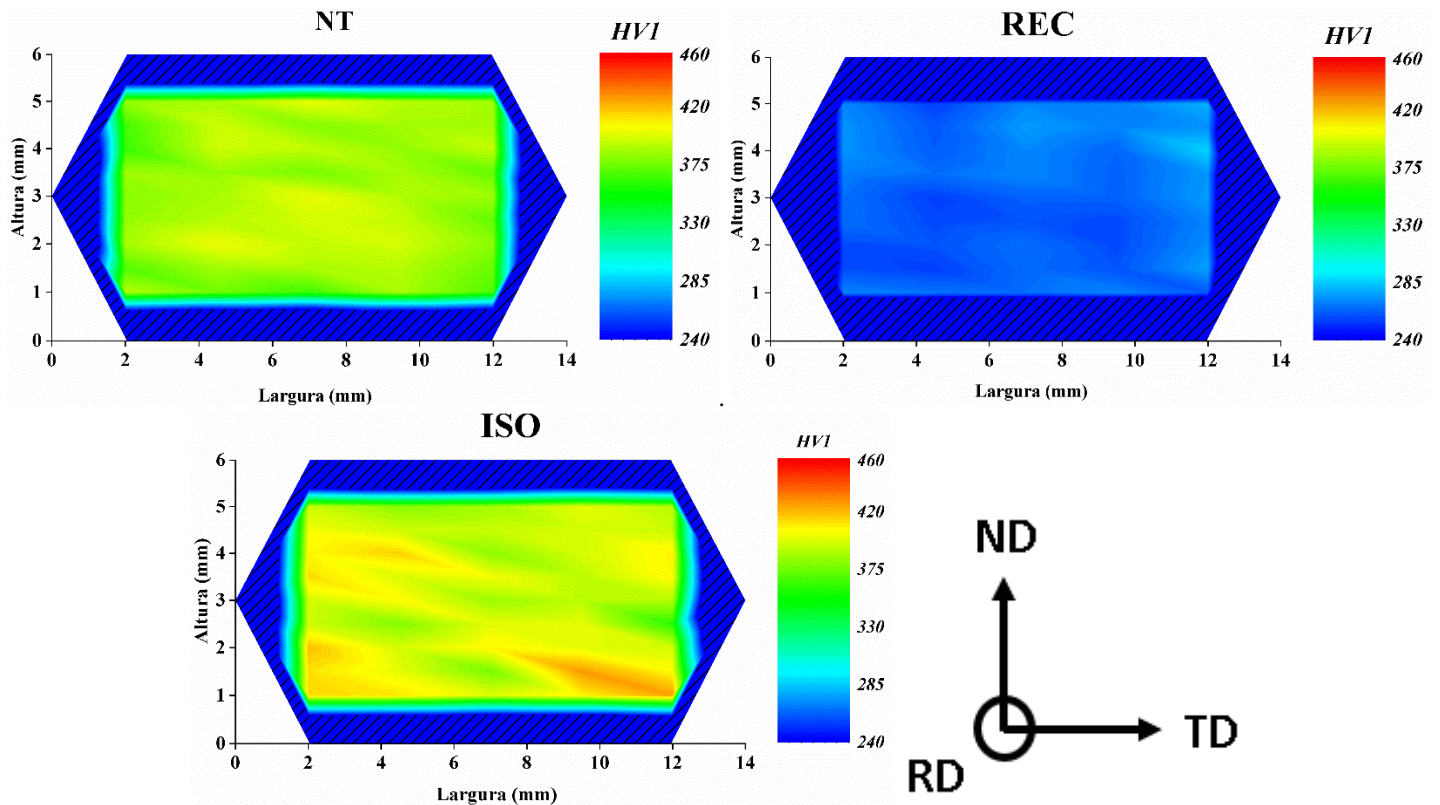


Figura 35: Microdureza das amostras como recebida (NT), após o tratamento recozimento subcrítico (REC) e após o tratamento isotérmico (ISO).

Fonte: Autor

Tabela 7: Microdureza das amostras analisadas

Amostra	Microdureza Média (HVI)	D. Padrão
NT	384	± 7.36
REC	266	± 7.13
ISO	396	± 4.84

A mudança de microestrutura causada pelo tratamento isotérmico semelhante ao patenteamento, como proposto por Oyama et al. (OYAMA, T; SHERBY, O. D.; WADSWORTH, J.; WALSER, 1984), deve reduzir a ductibilidade do material, mas em consequência, deve aumentar a resistência mecânica, segundo a relação Hall-Petch. A

microestrutura obtida dificulta mais a movimentação de discordâncias, aumentando a resistência do material. (HYZAK; BERNSTEIN, 1976)

A microestrutura obtida pelo recozimento removeu as lamelas de cementita, deformando-as para um formato globular ou esferoidizado. Como proposto por Oyama et al. (OYAMA, T; SHERBY, O. D.; WADSWORTH, J.; WALSER, 1984), deve ocorrer aumento na ductibilidade do material, no entanto, ocorrerá redução na resistência mecânica, pois a remoção das lamelas de cementita afeta a tensão de escoamento.

Como a temperatura de recozimento foi abaixo da temperatura A1 (temperatura de início de transformação austenítica, para aços perlíticos na composição eutetóide), não ocorre mudança de fase de ferrita para austenita, e, portanto, o grão de austenita prévio não tem influência na resistência neste caso.

4.2.3 Análise da macrot textura

A textura em chapas laminadas é geralmente representada por $\{h k l\} \langle u v w \rangle$, significando que os planos $\{h k l\}$ dos grãos estão paralelos a superfície da chapa, e que as direções $\langle u v w \rangle$ estão orientadas paralelas a direção de laminação. Essas descrições e métodos de raios-X podem ser encontrados em diversos autores, como por exemplo, Cullity. (CULLITY, 1956)

Na Figuras 36, 37 e 38 a seguir estão apresentadas as funções de distribuição de orientações (ODF, $\phi_2 = 45^\circ$), derivada do DRX das amostras **NT**, **REC** e **ISO**, na seção da superfície (*Surface plan*) e na metade da espessura (*Center plan*) como também o ábaco de interpretação das componentes observadas e orientações ideais, ao longo das fibras RD e ND para aços laminados. Apresenta-se também os desenvolvimentos das fibras principais com os tratamentos térmicos realizados, nas seções de superfície e na metade da espessura.

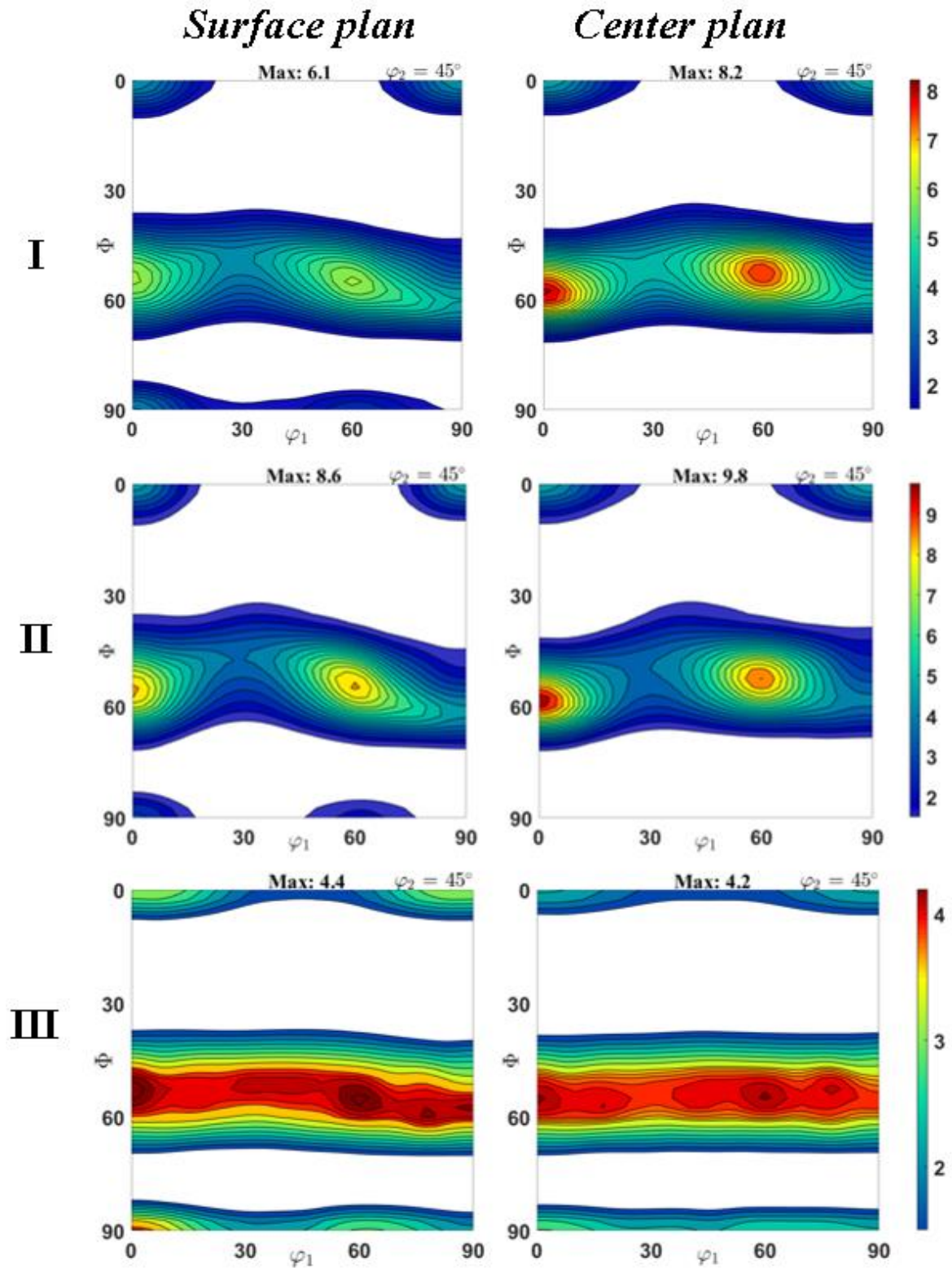


Figura 36: Textura das amostras: I) NT; II) REC; III) ISO.

Fonte: Autor.

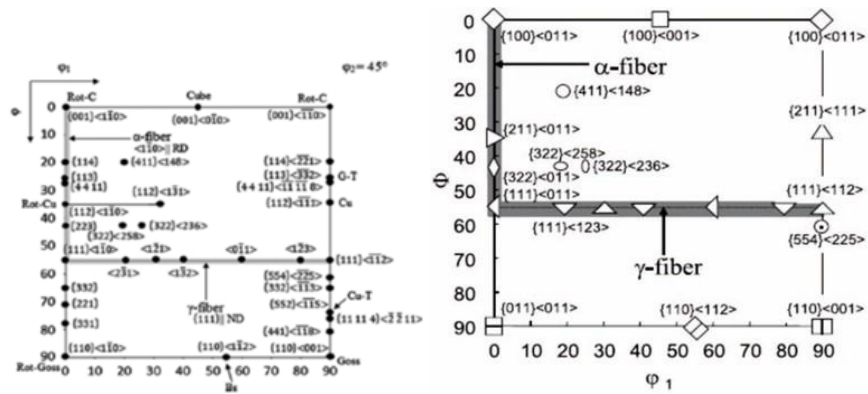


Figura 37: Componentes de textura comuns em estruturas CCC.

Fonte: Adaptado de Chatterjee et. al (I) e Annan et. al (II) (CHATTERJEE; ARIA, 2018; K.A. ANNAN; C.W. SIYASIYA;; W.E. STUMPF, 2013).

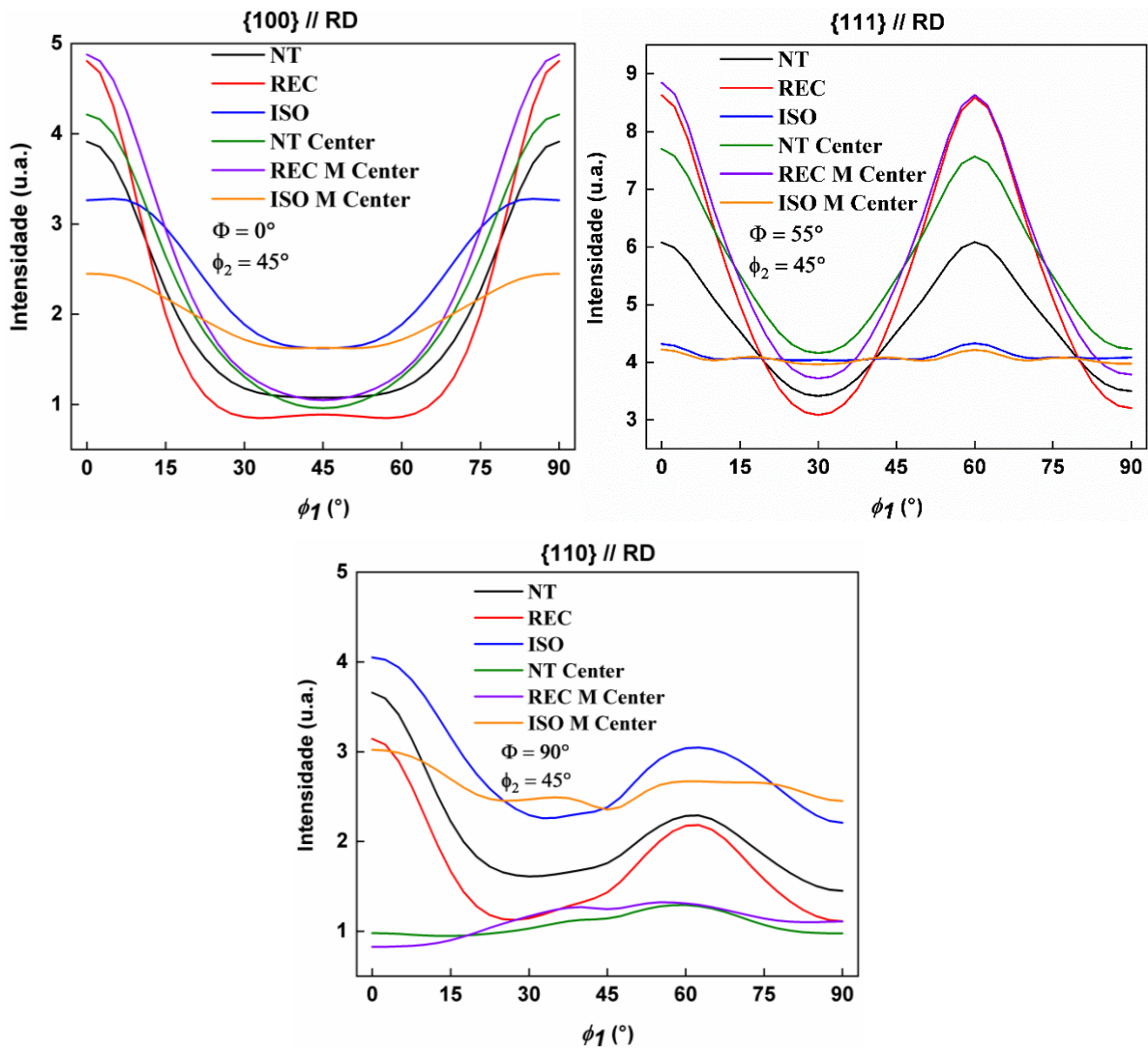


Figura 38: Desenvolvimento das fibras principais ao longo de ϕ_1 .

Fonte: Autor.

Os componentes de textura principais nas amostras foram: $\{111\} \langle 110 \rangle$, $\{001\} \langle 110 \rangle$, e $\{110\} \langle 110 \rangle$. A textura é um fator essencial que afeta a resistência mecânica dos materiais. Nos materiais laminados a quente, as texturas de transformação de fases são geralmente obtidas a partir da apresentada na austenita prévia, a qual pode ser controlada durante o processo de laminação a quente. (RAY; JONAS, 2013)

A componente $\{100\} \langle 001 \rangle$ transforma-se na componente $\{001\} \langle 110 \rangle$, o que favorece a propagação de trincas e falhas, e, portanto, é indesejável. (TIAN et al., 2020) Essa componente está presente principalmente em materiais submetidos a processamentos termomecânicos e tratamentos térmicos. A componente $\{111\} \langle 110 \rangle$ é uma textura de laminação a frio, originada devido a mudança da estrutura pela deformação gerada, de uma orientação menos estável para esta orientação, mais estável. (XU et al., 2014)

As texturas formadas na laminação a quente são muito similares às texturas de laminação a frio, a qual geralmente só estabilizará certas orientações. As estruturas finais de laminação são geralmente similares, independente da composição e parâmetros de processamento. Então serão geradas fibras α (RD, paralelo a direção de laminação) e γ (ND, paralelo a direção normal), as quais tendem a ser mais estáveis. (MEHDI et al., 2020)

A componente de textura de maior intensidade na amostra como recebida é a $\{111\} \langle 110 \rangle$, a qual é uma textura benéfica para o material, pois esta orientação não favorece propagação de trincas e falhas. A componente $\{110\} \langle 110 \rangle$ apresenta-se com menor intensidade em todas as amostras. A componente $\{001\} \langle 110 \rangle$, que é indesejável, aumenta ligeiramente com os tratamentos térmicos de recozimento.

A componente $\{110\} \langle 110 \rangle$, também conhecida como Goss girada, geralmente é associada com deformação por cisalhamento durante a laminação a quente, no entanto, a origem desta componente é incerta, e, portanto, não há teoria cabível para sua formação. (XU et al., 2014) Segundo Mehdi et al. (MEHDI et al., 2020), a laminação predispõe a rotação dos grãos orientados como Goss girado para uma orientação mais estável, como a orientação $\{111\} \langle 110 \rangle$, formando assim a fibra γ .

Comparadas com a amostra como recebida, observa-se um aumento nas componentes Goss girado para as duas amostras, como também as componentes $\{001\} \langle 110 \rangle$, originadas na laminação a quente, durante o procedimento de fabricação deste material. Para o caso da amostra recozida, ocorre um aumento também nas componentes de laminação

supracitadas, $\{111\} \langle 110 \rangle$. Para a amostra tratada isotermicamente, observa-se uma redução nestas componentes de laminação a frio.

A análise das ODFs trata-se de uma análise de estatística e de probabilidade. A intensidade está relacionada com a quantidade de grãos orientados de acordo com o plano e a direção evidenciada na ODF. Com a redução de volume das amostras, há a redução de espaço amostral e dispersão de resultados, e, portanto, aumento na intensidade das orientações.

Pode-se observar aumento relativamente pequeno em quase todas as componentes para as amostras como recebida e recozida, enquanto há a remoção das componentes localizadas na fibra $\Phi=90^\circ$, ou seja, a componente $\{110\} \langle 110 \rangle$ (Goss girado) Como explicado anteriormente, a presença dessa componente é de origem incerta, mas está relacionada provavelmente com a ocorrência de cisalhamento no material. (XU et al., 2014)

Com a remoção destas componentes pode-se supor que os grãos orientados de acordo estão localizados próximos à superfície das amostras, ou seja, a ocorrência de cisalhamento ocorre nas proximidades da superfície do material de estudo. Em tratamentos de recristalização, grãos orientados como Goss e Brass são nucleados dentro de grãos deformados orientados como $\{111\}$ em regiões com bandas de cisalhamento. Como resultado, as regiões de periferia destes materiais apresentam texturas $\{110\}$ fortes, com um gradiente de textura nesta orientação ao longo da espessura, sendo o centro a região com menos intensidade desta orientação, mas com intensidades maiores para as outras fibras e orientações, como laminação ($\{111\} // RD$) e recristalização ($\{100\} // RD$). (PARK; SZPUNAR, 2003)

Na amostra submetida a tratamento isotérmico, no entanto, há a redução das componentes $\{001\} \langle 110 \rangle$, como também as componentes Goss girado. Novamente validando a suposição de grãos relacionados a estas componentes na superfície, para este caso. Vale salientar que a intensidade da fibra $\{111\} // RD$ após os tratamentos térmicos nas amostras continua sendo a mais significativa das componentes.

4.2.4 Análises por EBSD

A Figura 39 a seguir demonstra o mapa de orientações (OIM) das amostras analisadas. O mapa Kernel Average Misorientation (KAM) para as mesmas regiões também está apresentado na Figura 39.

O refino na matriz ferrítica, na amostra NT, indica alto nível de distorção local, indicando a ocorrência de encruamento durante o processo de fabricação. Nota-se a formação

principalmente de planos {111} e {110}, com direções específicas paralelas a direção normal. O KAM da região evidencia a *misorientation* bem distribuída no interior dos grãos. No entanto, pode-se notar pequenas regiões com gradientes de *misorientation* mais elevados, em regiões de contornos. Esta amostra apresentou diâmetro médio de grão $0,091 \mu\text{m} (\pm 0,002)$.

O tratamento de recozimento promove aumento no tamanho dos grãos, como observado na Figura 39, seu diâmetro médio aumentou para $0,343 \mu\text{m} (\pm 0,01)$. Os grãos {110} com direções específicas paralelas a ND reorientam-se, mudando para planos {111}, {001} e {112} (indicados pela coloração rosada). O KAM da região evidencia a *misorientation* mal distribuída no interior dos grãos, visto que está concentrada em planos orientados como {111} e {112}. As regiões com gradientes de *misorientation* mais elevados, observados na amostra NT, não estão presentes nesta amostra.

O tratamento isotérmico promove aumento ainda maior no tamanho dos grãos, de $2,227 \mu\text{m} (\pm 0,05)$, comparado às outras amostras, como observado na Figura 39. Há redução bastante expressiva na densidade de contornos de grão desta amostra, comparada às anteriores. Os grãos orientados como {111} reorientam-se, mudando preferencialmente para planos {110} e {001}. Pode-se observar também a presença de grãos orientados como {112}. O KAM da região evidencia a *misorientation* bem distribuída no interior dos grãos. As regiões com gradientes de *misorientation* mais elevados, observados na amostra NT, também não estão presentes nesta amostra.

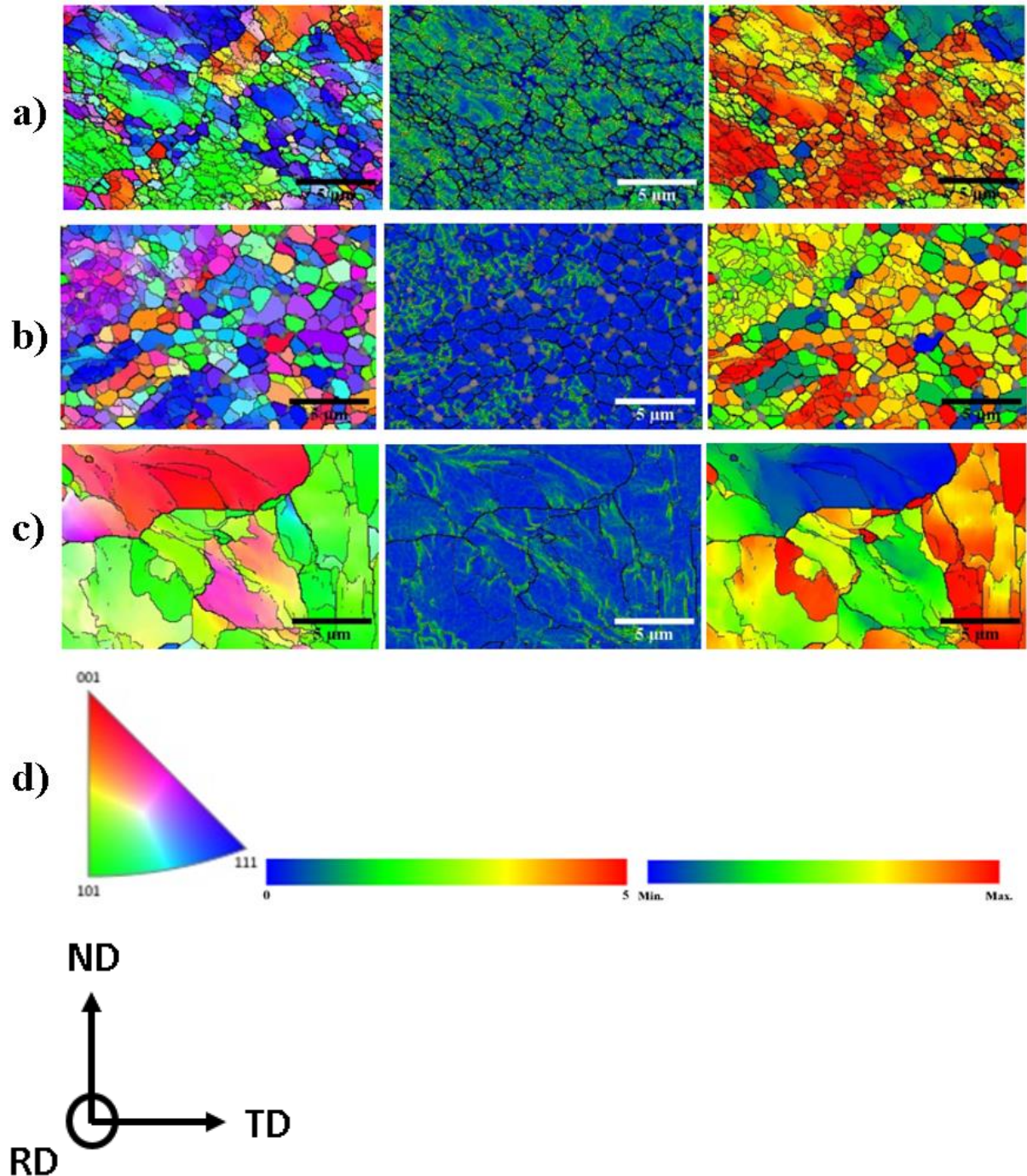


Figura 39: Mapas de orientação (OIM) das amostras na direção Normal (ND), mapas *Kernel Average Misorientation* (KAM) de terceira ordem das amostras analisadas e mapas de Fator de Taylor: a) **NT**; b) **REC**; c) **ISO**; d) Escala de orientações (I), escala do KAM (II), escala do Fator de Taylor (III).

Fonte: Autor.

As mudanças microestruturais ocorridas na recuperação levam a uma restauração parcial das propriedades do material. Essa restauração pode ser avaliada pelas variações nas propriedades mecânicas, resistividade elétrica, densidade e tensões residuais. (CAHN, 1970) A recristalização pode ser tratada como uma transformação de fases que se dá por duas etapas: *Nucleação* e *Crescimento*. As mudanças microestruturais que ocorrem durante o recozimento

de um material deformado a frio acontecem de modo que seja diminuída a energia armazenada na deformação. Essa diminuição da energia se dá por mecanismos de rearranjo e eliminação de defeitos cristalinos, como discordâncias. (PADILHA; SICILIANO, 2005)

De acordo com Haessner (HAESSNER, 1971), as principais mudanças microestruturais que ocorrem durante a recristalização são:

1. Reações entre defeitos puntiformes, levando a uma diminuição da quantidade deles;
2. Aniquilação de discordâncias de sinais opostos e encolhimento dos anéis de discordâncias;
3. Rearranjo de discordâncias, de modo a formar configurações de menor energia (Por exemplo, contornos de baixo ângulo);
4. Formação de contornos de alto ângulo;
5. Absorção de defeitos puntiformes e discordâncias por contornos de alto ângulo em migração;
6. Redução da área total de contornos de grão.

As modificações 1-4 são classificadas como Recuperação e as modificações 5-6 são classificadas como recristalização e crescimento de grão, respectivamente. Padilha (PADILHA; SICILIANO, 2005), afirma que como a distribuição de defeitos cristalinos após a deformação é em geral heterogênea, cada região do material pode passar pela sequência de mudanças microestruturais em momentos diferentes (tempos diferentes).

Levando estes fenômenos em consideração, a Figura 40 a seguir apresenta a distribuição de contornos de grão relativos as OIMs da Figura 39, sendo eles: LABs (*Low-Angle Boundaries*, ou contornos de grão de baixo ângulo, sendo $0^\circ < \theta < 5^\circ$); MABs (*Medium-Angle Boundaries*, ou contornos de médio ângulo, sendo $5^\circ < \theta < 15^\circ$); HABs (*High-Angle Boundaries*, ou contornos de alto ângulo, sendo $15^\circ < \theta$) e CSL (*Coincident-Site Lattices*, conhecidos também como contornos de grãos especiais). Contornos especiais são geralmente incomuns ou de baixa relevância em aços perlíticos (frequência menor que 5%), e, portanto, não serão discutidos.

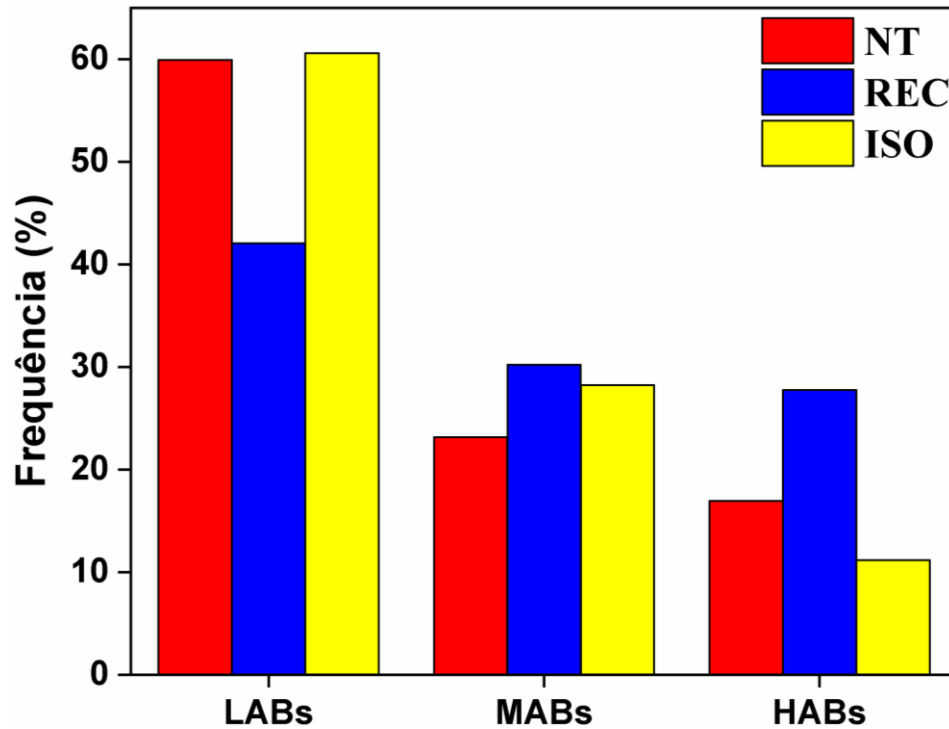


Figura 40: Tipos de contornos de grão apresentados na análise por EBSD.

Fonte: Autor.

Nesta distribuição, o tratamento de recozimento, representado pela amostra REC, evidencia redução de LAGBs para geração de contornos de ângulos maiores (MAGBs e HAGBs), como esperado para efeitos de recuperação desta amostra. No tratamento isotérmico, no entanto, representado pela amostra ISO, apresenta redução de contornos de alto ângulo para formação de contornos de baixo e médio ângulo, no entanto, há redução expressiva na área total de contornos, como observado em amostras recristalizadas. Como reportado por Masoumi et. al (MASOUMI; SILVA; DE ABREU, 2016), esta configuração da amostra ISO é mais ideal pela maior dificuldade de nucleação de defeitos e propagação de trincas, comparada as amostras NT e REC. A amostra REC, no entanto, pelo aumento de contornos de médio e alto ângulo possui maior energia estocada devido a maior distorção estrutural, e maior desorientação entre os grãos, propiciando o inverso do observado na amostra ISO.

Em relação aos contornos especiais (CSL), eles estão em baixíssima fração volumétrica (menor que 5%), e, portanto, tem pouca influência na resistência mecânica deste material. Novamente, dependendo da energia de falha de empilhamento deste material, os contornos CSL podem ser considerados como HAGBs, e, portanto, atuam como locais de geração de defeitos e propagação de trincas. (ARAFIN; SZPUNAR, 2009)

Na Figura 41 está apresentado a distribuição de KAM das amostras, correspondendo aos mapas apresentados na Figura 39. Os valores maiores de KAM na amostra NT evidenciam maior heterogeneidade estrutural, comparada às amostras REC e ISO. Para melhor compreensão da evolução da microestrutura, a análise de KAM foi utilizada para aferir a *misorientation* de um ponto referencial e seus 3 vizinhos mais próximos (KAM de terceira ordem). Um ângulo limite de 5° foi imposto para eliminar os efeitos de contornos de subgrão. (LEHTO, 2021; RUI et al., 2021a)

Os resultados indicam que os valores de KAM foram reduzidos da amostra NT para as amostras tratadas termicamente devido aos tratamentos térmicos submetidos. Esta redução representa menor discrepância entre as orientações de pontos de referência com seus vizinhos. Este fenômeno pode ser explicado pelas reorientações e alívio de tensões causados pela recuperação e recristalização das amostras tratadas termicamente.

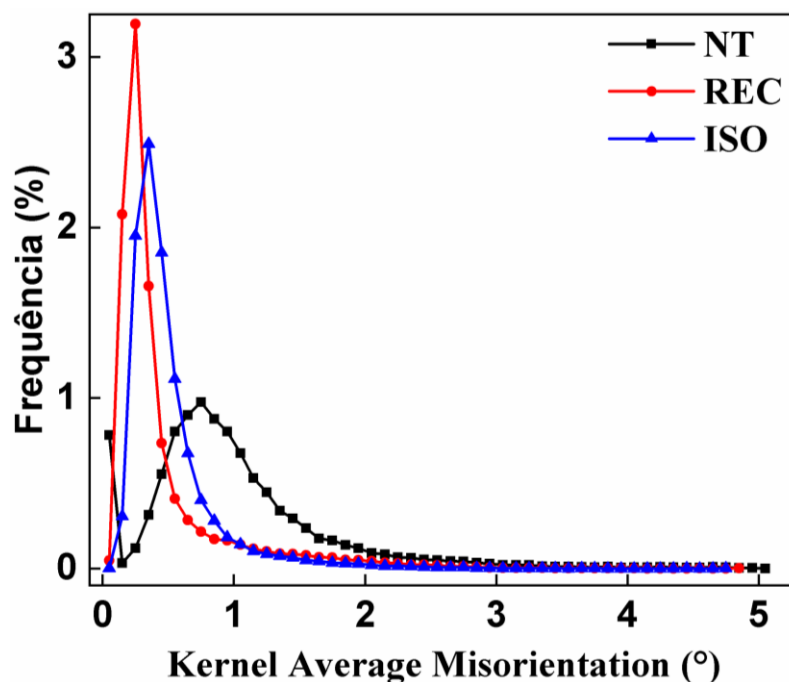


Figura 41: Distribuição do KAM de terceira ordem das amostras analisadas.

Fonte: Autor.

Na Figura 42 a seguir estão apresentadas as distribuições de Fator de Taylor (FT) das amostras analisadas. Na amostra NT são evidenciadas regiões com alto FT rodeadas com regiões com baixo FT, como também é evidenciado a predominância de grãos com alto FT, comparada às amostras REC e ISO. Os grãos com alto FT, como evidenciado na Figura 44, são orientados como $\{111\}$ e $\{110\}$.

Com o tratamento de recozimento, na amostra REC, os grãos possuem menor índice de FT, o qual é predominante dos grãos orientados como $\{112\}$, da Figura 39. Os grãos orientados como $\{111\}$ e $\{110\}$ novamente apresentam alto FT para esta amostra. O tratamento isotérmico, na amostra ISO, reduz ainda mais o índice de FT, o qual é predominante dos grãos orientados como $\{001\}$ e dos grãos orientados como $\{112\}$. Os grãos $\{110\}$ possuem novamente alto FT.

Com esta mudança, pode-se então atrelar a reorientação dos planos $\{111\}$ para orientações $\{112\}$ e $\{001\}$, com a redução do índice de FT, visto que a amostra ISO, onde há menos grãos orientados como $\{111\}$ possui menor índice de FT, ao contrário da amostra NT, onde há mais grãos orientados como $\{111\}$. Os tratamentos térmicos proporcionam redução no FT, ou seja, os tratamentos térmicos proporcionam menor resistência ao movimento de discordâncias, comparadas a amostra NT. (MASOUMI; SILVA; DE ABREU, 2016)

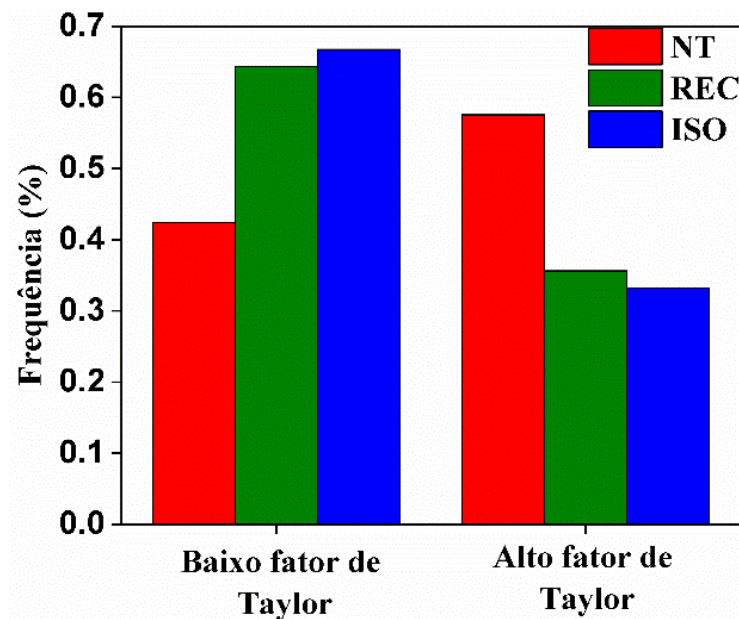


Figura 42: Valores de distribuição dos fatores de Taylor.

Fonte: Autor.

Na Figura 43 estão apresentados os mapas de fração de recristalização das amostras analisadas a partir do KAM. Estes mapas indicam a fração de grãos recristalizados, os quais são identificados a partir de certas condições: 1) Se o valor médio do ângulo de *misorientations* do grão for menor que o de subgrãos (ou seja, menor que 2°), então o grão é considerado 'recristalizado (coloração azul)'; 2) Se o valor médio do ângulo de *misorientations* do grão for entre 2 e 7° , então o grão é considerado 'subestruturado' (coloração amarela); 3) Se o valor

médio do ângulo de *misorientations* do grão for maior que 7° , então o grão é considerado ‘deformado’ (coloração vermelha).

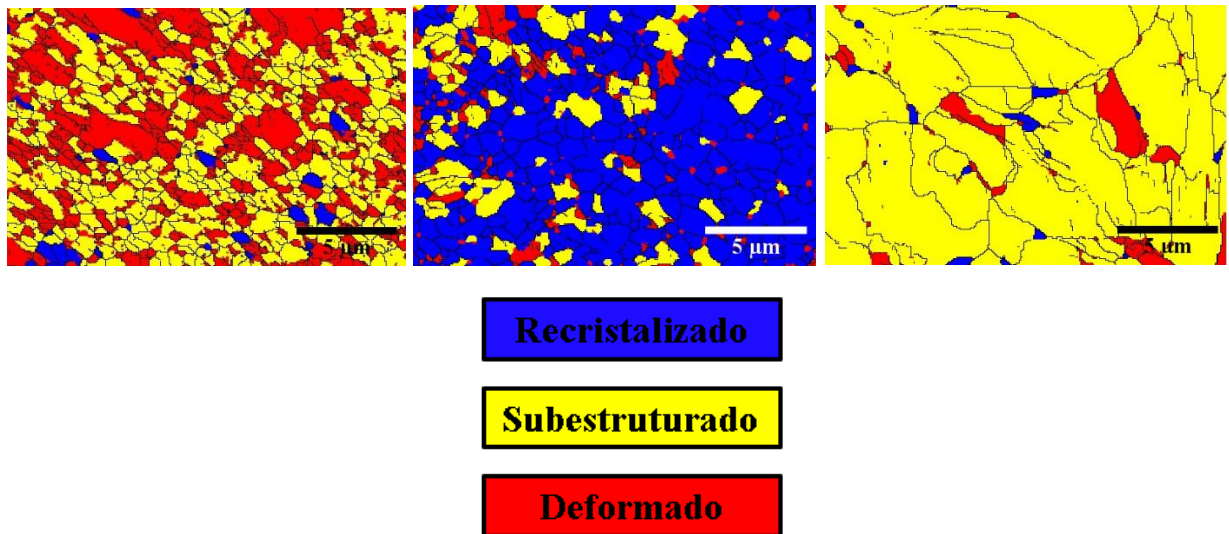


Figura 43: Mapas de fração de recristalização das amostras analisadas: I) NT; II) REC; III) ISO.

Fonte: Autor

A distribuição de grãos recristalizados (Azuis), subestruturados (Amarelos) e deformados (Vermelhos) nas amostras estão apresentados na Figura 44. A amostra REC apresenta alto teor de grãos recristalizados, representados pela cor azul, a amostra ISO possui alto teor de grãos subestruturados, representados pela coloração amarela, e a amostra NT possui alto teor de grãos deformados, representados pela coloração vermelha.

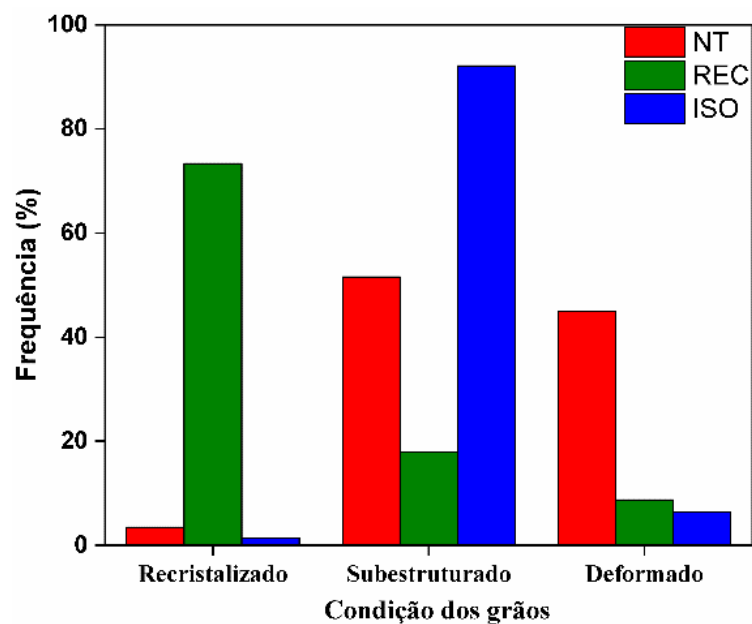


Figura 44: Análise quantitativa dos grãos.

Fonte: Autor.

Grãos subestruturados e deformados possuem grande energia interna, como evidenciado por Mohtadi-Bonab et. al (MOHTADI-BONAB et al., 2015), mas os grãos deformados possuem maior energia, favorecendo a geração de discordâncias e propensão a ocorrência de falhas. Levando esta premissa em conta, a amostra NT possui alta tendência de ocorrência de falhas, pois possui altos teores de grãos deformados e subestruturados, respectivamente. A amostra REC, no entanto, apresenta alto teor de grãos recristalizados, com baixa energia interna. Já a amostra ISO, embora tenha grãos com alta energia interna, não são tão energéticos ao ponto de serem prejudiciais a resistência mecânica, ou seja, esta configuração pode ser vista como a mais resistente destes casos.

Esta diferença na energia interna dos grãos pode estar relacionada com os mecanismos dos tratamentos térmicos aos quais as amostras foram submetidas. Embora a amostra REC seja resfriada em água, o tratamento ao qual foi submetida ocorreu por mais tempo em elevadas temperaturas, proporcionando difusão e aglomeração do carbono em áreas específicas, reorganização das discordâncias e redução dos níveis de distorções internos. A amostra ISO, no entanto, ocorre em um processo significativamente mais rápido, com resfriamento brusco, o qual proporciona aumento na resistência, mas que aumenta a energia interna dos grãos. Este aumento não é prejudicial, no entanto, pois ocorre recristalização neste tratamento, com eliminação de discordâncias e reorganização da microestrutura, reduzindo os níveis de distorção local.

Na Figura 45 a seguir estão apresentados os mapas de fases das amostras. São apresentadas duas fases distintas: Ferrita (CCC) e Cementita (Fe_3C). Na amostra NT a cementita está aglomerada em regiões de contornos, mas sua maior fração está dispersa na matriz de ferrita. A partir do recozimento, evidenciado pela amostra REC, há aglomeração de pacotes de cementita em formato globular (semi-esferoidizado) em regiões de contornos de grão. Esta mudança na microestrutura reduz o nível de distorção local, reiterando os efeitos de recuperação causados pelo tratamento. A difusão do carbono em altas temperaturas, obtidas pelo tratamento isotérmico, tende a dispersar ainda mais a cementita na matriz de ferrita, o que pode explicar os efeitos de distorções na rede cristalina observadas nos difratogramas destas amostras.

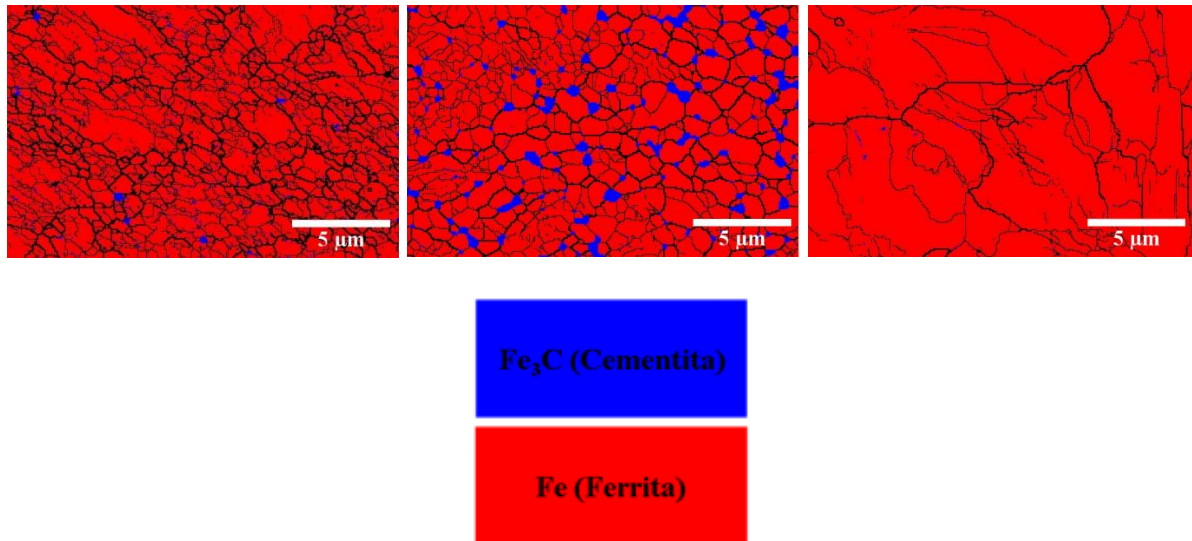


Figura 45: Mapa de fases das amostras analisadas: I) **NT**; II) **REC**; III) **ISO**.

Fonte: Autor.

O refino dos difratogramas destas amostras apresentam efeitos de microdeformação por esforços de tração nas amostras **REC** e **ISO**, comparadas a amostra **NT**. Como observado anteriormente, esta redução na distorção é causada pela redução das interfaces ferrita-cementita, proporcionada pelos tratamentos, sendo reiterado pela análise de fases destas amostras, donde a cementita aglomera-se em locais de contornos de grão (**REC**) ou dispersa-se mais pela matriz de ferrita (**ISO**), reduzindo então as distorções causadas pelas interfaces ferrita-cementita.

4.3 Conclusões

Neste tópico são sumarizadas as conclusões relativas aos objetivos do capítulo 1:

Determinar os efeitos de tratamentos térmicos de recozimento e patentamento neste material, nos critérios supracitados:

- Os tratamentos de recozimento e isotérmico (semelhante ao patentamento) provocam mudanças microestruturais no material analisado. O recozimento fragmenta e deforma as lamelas de cementita para um formato semi-esferoidizado, enquanto o tratamento isotérmico elimina as partículas semi-esferoidizadas de cementita, promovendo a formação de lamelas em toda a estrutura. As partículas formadas pelo recozimento são maiores do que as do material como recebido, enquanto as lamelas obtidas pelo tratamento isotérmico são menores em relação a espessura. Estas mudanças provocam redução na

densidade de discordâncias e na microdeformação, visto que ocorre redução das interfaces ferrita-cementita.

- As componentes de textura desejáveis do material ficam mais intensas com o tratamento de recozimento, tanto na superfície como no centro. A fibra $\{110\} // RD$, é eliminada no centro. O tratamento isotérmico reduz a intensidade de todas as fibras, mas deixando a fibra $\{111\} // RD$ mais intensa, comparada às demais componentes. As texturas no centro e na superfície desta amostra são bem similares tanto em relação às componentes como intensidades.
- A análise por EBSD evidencia crescimento das regiões ordenadas nos dois tratamentos térmicos, sendo este crescimento maior com o tratamento isotérmico. Os grãos orientados como $\{110\}$ reorientam-se para $\{111\}$, $\{100\}$ e $\{112\}$ com o recozimento, enquanto grãos orientados como $\{111\}$ reorientam-se para $\{110\}$ e $\{100\}$. O recozimento também reduz a densidade de contornos de baixo ângulo para formação de contornos de médio e alto ângulo, enquanto o tratamento isotérmico reduz a densidade de contornos de alto ângulo para formação de contornos de baixo e médio ângulo, evidenciando a ocorrência de *recuperação* e *recristalização*, respectivamente.
- Os tratamentos térmicos reduzem a *misorientation* e o Fator de Taylor, reduzindo assim a propensão de formação de trincas. A análise de fases evidencia a formação de cementita em regiões de contornos com o tratamento de recozimento, enquanto no tratamento isotérmico a presença de cementita não é tão perceptível, provavelmente devido a difusão dela com este tratamento em altas temperaturas. A análise dos mapas de recristalização evidencia grãos com energia estocada (Subestruturados) com o tratamento isotérmico, o que aumenta a resistência desta amostra, enquanto há ocorrência de grãos com baixa energia com o recozimento.
- A microdureza do material é reduzida com o recozimento, enquanto é aumentada com o tratamento isotérmico. Estas propriedades estão de acordo com a relação Hall-Petch. A redução da microdureza na amostra recozida ocorre pela eliminação de barreiras físicas (lamelas de cementita) ao deslizamento dos planos e movimentação das discordâncias.

5 CONCLUSÕES GERAIS

O procedimento de deformações por flexão ocasiona mudanças estruturais que proporcionam aumento da resistência mecânica do material, enquanto a torção reduz a resistência a deformação, nestes mesmos critérios. As deformações por flexão intensificam as componentes desejáveis de textura na última etapa, em detrimento das componentes indesejáveis, enquanto a torção reduz a intensidade das componentes desejáveis.

As deformações por flexão aos quais os materiais foram submetidos proporcionam menor mobilidade de discordâncias, evidenciado pelas análises dos mapas de Fator de Taylor e KAM. A torção, por outro lado, propicia ambiente favorável a deformação e a mobilidade de discordâncias.

As deformações por flexão ocasionam pouca mudança na textura e microestrutura, principalmente devido ao índice de deformação ser muito baixo. As deformações por flexão não foram suficientes para acarretar a reorganização dos grãos, aumento da densidade de discordâncias, dentre outros efeitos causados pelas deformações a frio.

O tratamento isotérmico, pelos mecanismos de mudança de morfologia e de acordo com a relação Hall-Petch aumenta a resistência mecânica do material, enquanto o recozimento reduz a resistência mecânica, mas aumenta bastante a ductilidade do material.

Os tratamentos reduzem a densidade de discordâncias, o nível de distorção local e modificam a energia interna dos grãos. O recozimento proporciona ao material grãos com facilidade de deformação, enquanto o tratamento isotérmico proporciona o crescimento de grãos com energia interna alta, com mais resistência a deformação.

O recozimento aumenta a intensidade de todas as componentes de textura enquanto o tratamento isotérmico reduz a intensidade, no entanto, ambos os tratamentos deixam mais significativas as componentes desejadas.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realização de laminação a frio em amostras trefiladas em diversos níveis de redução, analisando a textura de forma que seja discernível em que nível de redução as componentes de cisalhamento irão se reorientar para componentes de laminação;
- Correlação dos níveis de torção da aplicação como camada de tração com a textura e prevenção de falhas;
- Estudo da influência de tratamentos térmicos e microestruturas distintas nas propriedades mecânicas de aços perlíticos trefilados;
- Correlação dos efeitos da textura, propriedades mecânicas e tratamentos térmicos em aços perlíticos trefilados;
- Análise dos efeitos do nível de flexão a frio na textura e na microestrutura de aços perlíticos trefilados;
- Realizar a segmentação das partículas na microestrutura de amostras de aço perlítico trefilado, determinando o tamanho, o diâmetro e o grau de esferoidização da cementita, correlacionando com os efeitos nas propriedades mecânicas.

REFERÊNCIAS

AMOS, P. G. K. et al. Mechanisms of pearlite spheroidization: Insights from 3D phase-field simulations. **Acta Materialia**, v. 161, p. 400–411, 2018.

ARAFIN, M. A.; SZPUNAR, J. A. A new understanding of intergranular stress corrosion cracking resistance of pipeline steel through grain boundary character and crystallographic texture studies. **Corrosion Science**, v. 51, n. 1, p. 119–128, 2009.

BANKOLE, S. A. et al. Grain-size analysis of mudrocks: A new semi-automated method from SEM images. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 174, p. 244–256, 1 mar. 2019.

BARABADI, A. Reliability Analysis of Offshore Production Facilities Under Arctic Conditions Using Reliability Data From Other Areas. **Journal of Offshore Mechanics and Arctic Engineering**, v. 136, n. 2, 1 maio 2014.

BIROSCA, S. The deformation behaviour of hard and soft grains in RR1000 nickel-based superalloy. **IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.**, p. 15–21, 2015.

BORBÉLY, A. et al. Computer program ANIZC for the calculation of diffraction contrast factors of dislocations in elastically anisotropic cubic, hexagonal and trigonal crystals. **Journal of Applied Crystallography**, v. 36, n. 1, p. 160–162, fev. 2003.

BORCHERS, C. et al. Carbon-defect interaction during recovery and recrystallization of heavily deformed pearlitic steel wires. **Philosophical Magazine Letters**, v. 90, n. 8, p. 581–588, ago. 2010.

BORCHERS, C. et al. Effect of annealing on point defect population in cold-drawn pearlitic steel wires. **Scripta Materialia**, v. 86, p. 17–19, 1 set. 2014.

BORCHERS, C.; KIRCHHEIM, R. Cold-drawn pearlitic steel wires. **Progress in Materials Science**, v. 82, p. 405–444, 1 set. 2016.

BRANDON, D. G. The structure of high-angle grain boundaries. **Acta Metallurgica**, v. 14, n. 11, p. 1479–1484, 1 nov. 1966.

BREWER, L. N.; FIELD, D. P.; MERRIMAN, C. C. Mapping and assessing plastic deformation using EBSD. **Electron Backscatter Diffraction in Materials Science**, p. 251–262, 2009.

BURGERS, J. M. Geometrical considerations concerning the structural irregularities to be assumed in a crystal. **Proceedings of the Physical Society**, v. 52, n. 1, p. 23–33, 1940.

CAHN, R. W. Recovery and Recrystallization. **Physical Metallurgy**, v. 2, 1970.

CHATTERJEE; ARIA. **Effect of Microstructure and Crystallographic Texture on Mechanical Properties of Modified 9Cr-1Mo Steel**. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/325678541_Effect_of_Microstructure_and_Crystallographic_Texture_on_Mechanical_Properties_of_Modified_9Cr-1Mo_Steel>. Acesso em: 29 nov. 2021.

CLOUET, E. et al. Dislocation interaction with C in α -Fe: A comparison between atomic simulations and elasticity theory. **Acta Materialia**, v. 56, n. 14, p. 3450–3460, 2008.

CULLITY, B. Elements of X-ray Diffraction. 1956.

E. TZIMAS, A. GEORGAKAKI, C. G. C. AND S. D. P. **in the European Energy System**. [s.l: s.n.].

FANG, F. et al. Revealing microstructural and mechanical characteristics of cold-drawn pearlitic steel wires undergoing simulated galvanization treatment. **Materials Science and Engineering A**, v. 547, p. 51–54, 15 jun. 2012.

FERNANDO, U. S. et al. Evolution of Residual Stress in Tensile Armour Wires of Flexible Pipes During Pipe Manufacture. **Proceedings of the International Conference on Offshore Mechanics and Arctic Engineering - OMAE**, v. 5A-2017, 25 set. 2017.

FUKUYA, K. et al. An EBSD examination of SUS316 stainless steel irradiated to 73 dpa and deformed at 593 K. **Journal of Nuclear Materials**, v. 417, n. 1–3, p. 958–962, 1 out. 2011.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. DOS. Ensaio dos Materiais. p. 360, 2012.

GLICKSMAN, M. E.; VOLD, C. L. Heterophase dislocations — An approach towards interpreting high temperature grain boundary behavior. **Surface Science**, v. 31, n. C, p. 50–67, 1 jun. 1972.

GOTTSTEIN, G.; SHVINDLERMAN, L. Grain boundary migration in metals:

thermodynamics, kinetics, applications. 2009.

HAESSNER, F. RECRYSTALLIZATION OF METALLIC MATERIALS. Papers Presented at a Seminar of the Institut fuer Metallkunde of the University of Stuttgart and the. 1971.

HASAN, S. et al. Corrosion risk-based subsea pipeline design. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, v. 159, p. 1–14, 1 jan. 2018.

HONG, M. H. et al. Atom probe and transmission electron microscopy investigations of heavily drawn pearlitic steel wire. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 30, n. 13, p. 717–727, mar. 1999.

HYZAK, J. M.; BERNSTEIN, I. M. The role of microstructure on the strength and toughness of fully pearlitic steels. **Metallurgical Transactions A**, v. 7, n. 8, p. 1217–1224, 1976.

JIANG, W. et al. Relationship between the initial {100} textures and the shear textures developed in sheet surface during hot rolling of non-oriented silicon steel. **Materials Characterization**, v. 182, p. 111534, 1 dez. 2021.

JIAO, H. et al. Texture evolution in twin-roll strip cast non-oriented electrical steel with strong Cube and Goss texture. **Acta Materialia**, v. 199, p. 311–325, 15 out. 2020.

JOUNG, S. W. et al. Aging behavior and delamination in cold drawn and post-deformation annealed hyper-eutectoid steel wires. **Materials Science and Engineering A**, v. 586, p. 171–177, 1 dez. 2013.

K.A. ANNAN; C.W. SIYASIYA;; W.E. STUMPF. Effect of hot rolling conditions on ridging in 16wt% Cr ferritic stainless steel sheet. **Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy**, fev. 2013.

KIM, J.; KANG, K.; RYU, S. Characterization of the misfit dislocations at the ferrite/cementite interface in pearlitic steel: An atomistic simulation study. **International Journal of Plasticity**, v. 83, p. 302–312, 2016.

KOCKS, U. F.; MECKING, H. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. **Progress in Materials Science**, v. 48, n. 3, p. 171–273, 1 jan. 2003.

KUNZE, K. et al. **Scopus - Document details - Advances in automatic EBSP single orientation measurements.** Disponível em: <https://www.scopus.com/record/display.uri?eid=2-s2.0-0002404519&origin=inward&txGid=d4b8c564642244fda8db7afcca38a82f>>. Acesso em: 31 jan. 2022.

LASSEN, N. C. K.; JENSEN, D. J.; CONRADSEN, K. Image processing procedures for analysis of electron back scattering patterns. **Scanning Microscopy**, v. 6, n. 1, p. 115–121, 1992.

LEHTO, P. Adaptive domain misorientation approach for the EBSD measurement of deformation induced dislocation sub-structures. **Ultramicroscopy**, v. 222, p. 113203, 2021.

LI, L.; VIRTÁ, J. Ultrahigh strength steel wires processed by severe plastic deformation for ultrafine grained microstructure. **Materials Science and Technology**, v. 27, n. 5, p. 845–862, maio 2011.

LI, X.; VAZ, M. A.; CUSTÓDIO, A. B. Analytical model for tensile armors lateral deflections and buckling in flexible pipes. **Marine Structures**, v. 64, n. November 2018, p. 211–228, 2019.

LI, Y. et al. Segregation stabilizes nanocrystalline bulk steel with near theoretical strength. **Physical Review Letters**, v. 113, n. 10, 5 set. 2014.

LI, Y. J. et al. Atomic-scale mechanisms of deformation-induced cementite decomposition in pearlite. **Acta Materialia**, v. 59, n. 10, p. 3965–3977, jun. 2011.

LI, Y. J. et al. Evolution of strength and microstructure during annealing of heavily cold-drawn 6.3 GPa hypereutectoid pearlitic steel wire. **Acta Materialia**, v. 60, n. 9, p. 4005–4016, maio 2012.

LI, Y. J. et al. Mechanisms of subgrain coarsening and its effect on the mechanical properties of carbon-supersaturated nanocrystalline hypereutectoid steel. **Acta Materialia**, v. 84, p. 110–123, 1 fev. 2015.

LIU, T.; LI, Z. M.; JIN, S. Nonlinear bending analysis of anisotropic laminated tubular beams based on higher-order theory subjected to different kinds of distributed loads. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, v. 163, p. 23–35, 1 jun. 2018.

MAKAROV, A. V. et al. Structural features of the behavior of a high-carbon

pearlitic steel upon cyclic loading. **Physics of Metals and Metallography**, v. 111, n. 1, p. 95–109, 2011.

MANDAL, A. et al. Cold-bending of linepipe steel plate to pipe, detrimental or beneficial? **Materials Science and Engineering A**, v. 746, n. October 2018, p. 58–72, 2019.

MASOUMI, M. et al. Role of crystallographic texture on the improvement of hydrogen-induced crack resistance in API 5L X70 pipeline steel. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 42, n. 2, p. 1318–1326, 2017.

MASOUMI, M. et al. Role of crystallographic orientation and grain boundaries in fatigue crack propagation in used pearlitic rail steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 722, n. January, p. 147–155, 2018a.

MASOUMI, M. et al. Effect of Different Thermomechanical Processes on the Microstructure, Texture, and Mechanical Properties of API 5L X70 Steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 27, n. 4, p. 1694–1705, 2018b.

MASOUMI, M.; HERCULANO, L. F. G.; DE ABREU, H. F. G. Study of texture and microstructure evaluation of steel API 5L X70 under various thermomechanical cycles. **Materials Science and Engineering: A**, v. 639, p. 550–558, 15 jul. 2015.

MASOUMI, M.; SILVA, C. C.; DE ABREU, H. F. G. Effect of crystallographic orientations on the hydrogen-induced cracking resistance improvement of API 5L X70 pipeline steel under various thermomechanical processing. **Corrosion Science**, v. 111, p. 121–131, 1 out. 2016.

MASOUMI, M.; SILVA, C. C.; DE ABREU, H. F. G. Effect of rolling in the recrystallization temperature region associated with a post-heat treatment on the microstructure, crystal orientation, and mechanical properties of API 5L X70 pipeline steel. **Materials Research**, v. 20, n. 1, p. 151–160, 2017.

MEHDI, M. et al. The evolution of cube ($\{001\}\langle 100\rangle$) texture in non-oriented electrical steel. **Acta Materialia**, v. 185, p. 540–554, 2020.

MESPLONT, C. **Patenting of steel wire in tin, and the steel wire resulting therefrom** United State NV Bekaret, , 2010.

MOHTADI-BONAB, M. A. et al. The mechanism of failure by hydrogen induced cracking in an acidic environment for API 5L X70 pipeline steel. **International Journal of**

Hydrogen Energy, v. 40, n. 2, p. 1096–1107, 2015.

MOUSAVI, M. E. et al. A Simplified Method for Quantitative Reliability and Integrity Analysis of Steel Catenary Risers. **Journal of Offshore Mechanics and Arctic Engineering**, v. 138, n. 1, 1 fev. 2016.

MYKURA, H. A checklist of cubic coincidence site lattice relations. **Grain Boundary Structure and Kinetics**, p. 445–456, 1980.

NEMATOLLAHI, G. A. et al. Multiscale description of carbon-supersaturated ferrite in severely drawn pearlitic wires. **Acta Materialia**, v. 111, p. 321–334, 1 jun. 2016.

ØSTERGAARD, N.; LYCKEGAARD, A.; ANDREASEN, J. H. Imperfection analysis of flexible pipe armor wires in compression and bending. **Applied Ocean Research**, v. 38, p. 40–47, 2012.

OYAMA, T; SHERBY, O. D.; WADSWORTH, J.; WALSER, B. Application of the Divorced Eutectoid Transformation To Tee Development. **Scripta metallurgica**, v. 18, n. c, p. 799–804, 1984.

PADILHA, A. F.; SICILIANO, F. J. **Encruamento, Recristalização, Crescimento De Grão E Textura**. 3. ed. São Paulo: [s.n.]. v. 1

PARK, J. T.; SZPUNAR, J. A. Evolution of recrystallization texture in nonoriented electrical steels. **Acta Materialia**, v. 51, n. 11, p. 3037–3051, 27 jun. 2003.

PHAM, D. C. et al. A review on design, manufacture and mechanics of composite risers. **Ocean Engineering**, v. 112, p. 82–96, 15 jan. 2016.

PRASAD, K. S. et al. Effect of solution treatment on deep drawability of IN718 sheets: Experimental analysis and metallurgical characterization. 2018.

PRIME, M. B. Los Alamos Title: CROSS-SECTIONAL MAPPING OF RESIDUAL STRESSES BY MEASURING THE SURFACE CONTOUR AFTER A CUT
Cross-Sectional Mapping of Residual Stresses by Measuring the Surface Contour After a Cut. **Journal of Engineering Materials and Technology**, v. 123, p. 162–168, 2001.

RAABE, D. et al. Metallic composites processed via extreme deformation: Toward the limits of strength in bulk materials. **MRS Bulletin**, v. 35, n. 12, p. 982–991, 2010.

RAKSHIT, R. et al. Influence of out-of-plane stretch forming induced different

strain paths on micro-texture evolution, slip system activity and Taylor factor distribution in Al–Li alloy. **Materials Science and Engineering: A**, v. 830, p. 142267, 7 jan. 2022.

RAY, R. K.; JONAS, J. J. Transformation textures in steels. [https://doi-org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1179/095066090790324046](https://doi.org.ez11.periodicos.capes.gov.br/10.1179/095066090790324046), v. 35, n. 1, p. 1–36, 2013.

REDA, A. et al. Pipeline walking and anchoring considerations in the presence of riser motion and inclined seabed. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, v. 162, p. 71–85, 1 maio 2018.

RIBÁRIK, G.; GUBICZA, J.; UNGÁR, T. Correlation between strength and microstructure of ball-milled Al-Mg alloys determined by X-ray diffraction. **Materials Science and Engineering A**, v. 387–389, n. 1- 2 SPEC. ISS., p. 343–347, 2004.

RIBÁRIK, G.; UNGÁR, T.; GUBICZA, J. MWP-fit: A program for multiple whole-profile fitting of diffraction peak profiles by ab initio theoretical functions. **Journal of Applied Crystallography**, v. 34, n. 5, p. 669–676, out. 2001.

ROACH, M. D. et al. An EBSD based comparison of the fatigue crack initiation mechanisms of nickel and nitrogen-stabilized cold-worked austenitic stainless steels. **Materials Science and Engineering: A**, v. 586, p. 382–391, 1 dez. 2013.

RUI, S. S. et al. Correlations between two EBSD-based metrics Kernel Average Misorientation and Image Quality on indicating dislocations of near-failure low alloy steels induced by tensile and cyclic deformations. **Materials Today Communications**, v. 27, n. April, p. 102445, 2021a.

RUI, S. S. et al. Correlations between two EBSD-based metrics Kernel Average Misorientation and Image Quality on indicating dislocations of near-failure low alloy steels induced by tensile and cyclic deformations. **Materials Today Communications**, v. 27, p. 102445, 1 jun. 2021b.

SANTOS, R. G. DOS. **Transformações de fases em materiais metálicos**. [s.l.] Editora UNICAMP, 2006.

SARKAR, A. et al. Implications of microstructure, Taylor factor distribution and texture on tensile properties in a Ti-added Fe-Mn-Al-Si-C steel. **Materials Science and Engineering: A**, v. 767, p. 138402, 8 nov. 2019.

SAUNDERS, N. et al. The Calculation of TTT and CCT diagrams for General

Steels. **JMatPro Software Literature**, p. 1–12, 2004.

SCHASTLIVTSEV, V. M.; YAKOVLEVA, I. L. Fine-lamellar pearlite: The first bulk nanomaterial in carbon steel. **Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics**, v. 79, n. 9, p. 1077–1080, 29 set. 2015.

SHEN, J. H.; LI, Y. L.; WEI, Q. Statistic derivation of Taylor factors for polycrystalline metals with application to pure magnesium. **Materials Science and Engineering: A**, v. 582, p. 270–275, 10 out. 2013.

SUTTON, A. P.; BALLUFFI, R. W.; W. T. REYNOLDS, J. Interfaces in Crystalline Materials. **Oxford University Press: New York**, v. 119, n. 9, p. 2343–2343, 1 mar. 1995.

SUWAS, S.; RAY, R. K.; SATYAM SUWAS, R. K. R. **Crystallographic Texture of Materials**. [s.l: s.n.].

TAKAHASHI, J. et al. Change in carbon state by low-temperature aging in heavily drawn pearlitic steel wires. **Acta Materialia**, v. 60, n. 1, p. 387–395, jan. 2012.

TALEFF, E. M.; LEWANDOWSKI, J. J.; POURLADIAN, B. Microstructure-property relationships in pearlitic eutectoid and hypereutectoid carbon steels. **JOM**, v. 54, n. 7, p. 25–30, 2002.

TANG, L. et al. Mechanical analysis of un-bonded flexible pipe tensile armor under combined loads. **International Journal of Pressure Vessels and Piping**, v. 171, n. February, p. 217–223, 2019.

TAYLOR, G. I. Plastic strain in metals. **ci.nii.ac.jp**, 1938.

THIAGARAJAN, K. P.; BRADDOCK, E. C. Influence of bilge keel width on the roll damping of FPSO. **Journal of Offshore Mechanics and Arctic Engineering**, v. 132, n. 1, p. 1–7, fev. 2010.

TIAN, Y. et al. Effect of rolling reduction below γ non-recrystallization temperature on pancaked γ , microstructure, texture and low-temperature toughness for hot rolled steel. **Materials Science and Engineering A**, v. 794, p. 139640, 2020.

TORIBIO, J.; VALIENTE, A. Failure analysis of cold drawn eutectoid steel wires for prestressed concrete. **Engineering Failure Analysis**, v. 13, n. 3 SPEC. ISS., p. 301–311,

2006.

TÓTH, L. S. et al. Development of ferrite rolling textures in low- and extra low-carbon steels. **Metallurgical Transactions A** 1990 21:11, v. 21, n. 11, p. 2985–3000, nov. 1990.

WARREN, B. E.; AVERBACH, B. L. The Separation of Cold-Work Distortion and Particle Size Broadening in X-Ray Patterns. **Journal of Applied Physics**, v. 23, n. 4, p. 497, 15 jun. 2004.

WRIGHT, S. I.; NOWELL, M. M.; FIELD, D. P. A review of strain analysis using electron backscatter diffraction. **Microscopy and Microanalysis**, v. 17, n. 3, p. 316–329, jun. 2011.

WRIGHT, S.; NOWELL, M. EBSD image quality mapping. **cambridge.org**, 2006.

WRÓŃSKI, S. et al. Investigation of plastic deformation heterogeneities in duplex steel by EBSD. **Materials Characterization**, v. 73, p. 52–60, nov. 2012.

XU, Y. B. et al. Evolution of cube texture in strip-cast non-oriented silicon steels. **Scripta Materialia**, v. 87, p. 17–20, 15 set. 2014.

Y. L. TIAN, R. W. K. Mechanisms of Pearlite Spheroidization. **Met Trans. A.**, v. 18A, n. 8, p. 1403, ago. 1987.

YERRA, S. et al. Effect of strain path and the magnitude of prestrain on the formability of a low carbon steel: On the textural and microtextural developments. **J. Eng. Mater. Technol. Trans. ASME.**, p. 53–61, 2004.

ZHANG, X. et al. Microstructure and strengthening mechanisms in cold-drawn pearlitic steel wire. **Acta Materialia**, v. 59, n. 9, p. 3422–3430, maio 2011.

ZHANG, X. et al. Dislocation-based plasticity and strengthening mechanisms in sub-20 nm lamellar structures in pearlitic steel wire. **Acta Materialia**, v. 114, p. 176–183, 1 ago. 2016.

ZHENG, H. et al. Microstructural evolution and mechanical property of ultrafine-grained pearlitic steel by cold rolling: The influence of cementite morphology. **Materials Science and Engineering A**, v. 824, 8 set. 2021.

ZHOU, L. et al. Cementite nano-crystallization in cold drawn pearlitic wires

instigated by low temperature annealing. **Scripta Materialia**, v. 120, p. 5–8, 15 jul. 2016.

ZHOU, L. et al. Torsion delamination and recrystallized cementite of heavy drawing pearlitic wires after low temperature annealing. **Materials Science and Engineering A**, v. 713, p. 52–60, 24 jan. 2018.

ZHOU, Y. T. et al. Atomic structure of the Fe/Fe₃C interface with the Isaichev orientation in pearlite. <http://dx.doi.org/10.1080/14786435.2017.1332434>, v. 97, n. 27, p. 2375–2386, 22 set. 2017.