



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

**SAMILLE KRICIA BEZERRA DE LIMA**

**INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ESFEROIDIZAÇÃO E DA**  
**DEFORMAÇÃO A FRIO NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES**  
**MAGNÉTICAS DE ARAMES DE RISERS FLEXÍVEIS**

**FORTALEZA**

**2023**

SAMILLE KRICIA BEZERRA DE LIMA

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ESFEROIDIZAÇÃO E DA  
DEFORMAÇÃO A FRIO NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MAGNÉTICAS  
DE ARAMES DE RISERS FLEXÍVEIS

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, do Departamento de Engenharia de Materiais e Metalúrgica da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais. Área de Concentração: Propriedades Físicas e Mecânicas dos Materiais.

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

Coorientador: Prof. Dr. Juan Manuel Pardal.

FORTALEZA

2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal do Ceará  
Sistema de Bibliotecas  
Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

---

D32i de Lima, Samille Kricia Bezerra.  
Influência do Tratamento Térmico de Esferoidização e da Deformação a Frio na Microestrutura e Propriedades Magnéticas de Arames de Risers Flexíveis / Samille Kricia Bezerra de Lima. – 2023. 109 f. : il. color.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Fortaleza, 2023.  
Orientação: Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu.  
Coorientação: Prof. Dr. Juan Manuel Pardal.

1. Risers Flexíveis. 2. Comportamento Eletromagnético. 3. Caracterização Microestrutural. 4. Tratamento Térmico. 5. Laminação a Frio. I. Título.

CDD 620.11

---

SAMILLE KRICIA BEZERRA DE LIMA

INFLUÊNCIA DO TRATAMENTO TÉRMICO DE ESFEROIDIZAÇÃO E DA  
DEFORMAÇÃO A FRIO NA MICROESTRUTURA E PROPRIEDADES MAGNÉTICAS  
DE ARAMES DE RISERS FLEXÍVEIS

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, do Departamento de Engenharia de Materiais e Metalúrgica da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais. Área de Concentração: Propriedades Físicas e Mecânicas dos Materiais.

Aprovada em: 23/03/2023

BANCA EXAMINADORA

---

Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu (Orientador)  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof. Dr. Elineudo Pinho de Moura  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof. Dr. Juan Manuel Pardal  
Universidade Federal Fluminense (UFF)

---

Prof. Dr. Sérgio Souto Maior Tavares  
Universidade Federal Fluminense (UFF)

A Deus.

Aos meus pais, Suely e Eli.

A todos que contribuíram para a obtenção deste  
título.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por tudo que tem proporcionado até aqui e por ter me fortalecido nos momentos difíceis dessa trajetória.

Agradeço aos meus pais Eli e Suely, por estarem presentes em todo momento e por acreditarem em cada um dos meus sonhos. Eles são os grandes responsáveis por eu ter chegado até aqui.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Hamilton Ferreira Gomes de Abreu, pela oportunidade a mim confiada, pelo conhecimento compartilhado e pelo seu exemplo de vida e de profissionalismo que inspira a todos.

Ao meu coorientador e grande amigo, Prof. Dr. Juan Manuel Pardal, pela dedicação, paciência, companheirismo e excelentes ensinamentos, o que tornou possível a concretização deste projeto.

Ao LACAM, pelo acolhimento e suporte durante a realização do projeto.

Aos Drs. Jorge Luiz e Flávio Herculano pela amizade, disponibilidade, ensinamentos e auxílio na realização dos ensaios deste trabalho.

Aos meus colegas de laboratório do LACAM, pelo companheirismo e por compartilharem técnicas e sugestões valiosas, em especial: Rodrigo Loureiro, Pedro Henrique, Carlos Samuel e João Victor.

Ao Dr. Leosdan Figueredo Noris, por todo suporte e atenção na realização dos ensaios no Laboratório de Ensaios Não Destrutivos (LEND) e Laboratório de Ensaios Mecânicos (LEM) da Universidade Federal Fluminense (UFF/Niterói).

Ao Prof. Dr. Sérgio Souto Maior Tavares da UFF pelas boas dicas, auxílio e colaboração na realização deste trabalho.

A todos os professores do Departamento de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da UFC que contribuíram com minha formação acadêmica.

À Central Analítica da UFC, pela disponibilidade para realização das micrografias por MEV.

À CAPES e à Petrobras, pelo fornecimento das bolsas de fomento.

“Pensar é o trabalho mais difícil que existe.  
Talvez por isso tão poucos se dediquem a ele.”

Henry Ford

## RESUMO

Dutos flexíveis utilizados nas indústrias petrolíferas para o transporte de petróleo e gás são uma vantajosa opção tecnológica frente aos desafios encontrados na exploração de áreas mais profundas. Os *risers* flexíveis são constituídos por diferentes camadas, dentre elas a armadura de tração, composta pela disposição helicoidal de arames de aço. Esta é responsável por resistir à tração, compressão, e às cargas radiais de pressão interna e de torção. Devido os modos de tensão complexos aos quais são submetidos, seus modos de falha tornam-se imprevisíveis, sendo necessário métodos de monitoramento, verificação de integridade e estimativa da vida desses componentes. As técnicas eletromagnéticas funcionam como um bom método para o monitoramento não destrutivo das transformações microestruturais, morfológicas e de propriedades mecânicas em aços deformados ou tratados termicamente. Neste trabalho, foi investigado o comportamento eletromagnético de um arame utilizado na fabricação da armadura de tração, submetido a diferentes combinações de temperatura e tempo de tratamentos térmicos e deformações plásticas por laminação a frio. Estes sinais foram relacionados com as transformações microestruturais e mudanças nas propriedades mecânicas provocadas pelos processos envolvidos. Para alcançar este objetivo, foram realizados testes de Ruído Magnético Barkhausen (RMB), Histerese Magnética, Indutância e Resistividade Elétrica. A caracterização microestrutural foi feita por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raios-X (DRX) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). Ensaio de dureza foram feitos para avaliação das propriedades mecânicas. Os resultados apontam que o aumento da deformação gera crescimento da densidade de discordâncias e menor mobilidade destas, o que provoca aumento da dureza e da área da curva de histerese, com consequente diminuição do sinal RMB pela maior dificuldade da mobilidade das paredes de domínio. Baixas taxas de deformação (5 e 10%) causam aumento no grau de esferoidização devido a quebra da cementita desfavorável à direção de laminação. Os tratamentos realizados a 600 e 700°C indicam a recuperação da microestrutura e esferoidização da cementita, facilitando a deformação do material, porém o comportamento do envelope do RMB e das curvas DSC sugerem que a recristalização só ocorreu nos tratamentos a 700 e 800°C. Há uma dependência da resistividade com o campo de tensões, sendo maior para tensões trativas. A multiplicação de heterogeneidades estruturais dificulta o fluxo magnético, reduzindo a permeabilidade magnética e a indutância.

**Palavras-chave:** *risers* flexíveis; comportamento eletromagnético; caracterização microestrutural; tratamento térmico; laminação a frio.

## ABSTRACT

Flexible pipelines used in the oil and gas industries are an advantageous technological option in the face of the challenges encountered in exploring deeper areas. Flexible *risers* are made up of different layers, including tensile reinforcement, built by a helical arrangement of steel wires. This is responsible for resisting traction, compression, and radial stresses from internal pressure and torsion. Due to the complex stress modes to which they are subjected, their failure modes become unpredictable, requiring monitoring methods, integrity verification and life estimation of these components. Electromagnetic techniques work as a good method for non-destructive monitoring of microstructural, morphological and mechanical properties transformations in deformed or heat-treated steels. In this work, the electromagnetic behavior of a wire used in the manufacture of tensile reinforcement, subjected to different combinations of temperature and time of heat treatments and plastic deformations by cold rolling, was investigated. These signals were related to microstructural transformations and changes in mechanical properties caused by the processes involved. To achieve this objective, Magnetic Barkhausen Noise (MBN), Magnetic Hysteresis, Inductance and Electrical Resistivity tests were carried out. The microstructural characterization was performed by Scanning Electron Microscopy (SEM), X-Ray Diffraction (XRD) and Differential Scanning Calorimetry (DSC). Hardness tests were performed to evaluate the mechanical properties. The results indicate that the increase in deformation generates an growth in dislocation density and lower dislocation mobility, which causes an increase in hardness and in the area of the hysteresis curve, with a consequent decrease in the MBN signal due to the greater difficulty in domain wall mobility. Low strain rates (5 and 10%) cause an increase in the degree of spheroidization due to cementite breakage unfavorable to the rolling direction. The treatments carried out at 600 and 700°C indicate the recovery of microstructure and the spheroidization of cementite, facilitating the deformation of the material, however the behavior of the MBN envelope and the DSC curves suggest that recrystallization only occurred in the treatments at 700 and 800°C. There is dependence of the resistivity on the stress field, being greater for tensile stresses. The multiplication of structural heterogeneities hinders the magnetic flux, reducing magnetic permeability and inductance.

**Keywords:** flexible *risers*; electromagnetic behavior; microstructural characterization; heat treatment; cold rolling.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Configuração geral de um duto flexível .....	20
Figura 2 - Fluxograma do processo de fabricação do arame na indústria .....	24
Figura 3 - Estado de deformação do arame após a laminação.....	25
Figura 4 - Envelope do RMB em função do campo magnético tangencial ( $H_t$ ) durante o recozimento a 575 °C .....	28
Figura 5 - Correlação entre o grau de esferoidização (%) e os parâmetros de RMB: altura de pico e valores de RMS (Root Mean Square) .....	29
Figura 6 - Representação dos domínios magnéticos .....	31
Figura 7 - Estrutura de parede de domínio de 180° .....	32
Figura 8 - Laço de histerese magnética .....	33
Figura 9 - Influência do estado de tensões residuais e da dureza (magnética e mecânica) na curva de Histerese e na amplitude do sinal Barkhausen.....	34
Figura 10 - Curva de histerese associada ao Ruído Barkhausen em um aço SAE – 4140 .....	35
Figura 11 - Equipamento usado no ensaio RMB.....	35
Figura 12 - Alinhamento dos domínios magnéticos devido a (a) tração e (b) compressão.....	36
Figura 13 - Exemplo de um envelope gerado a partir do sinal RMB.....	39
Figura 14 - Arranjo para medidas de resistividade pelo método de 4 pontas em amostra de dimensões finitas depositada sobre substrato condutor .....	40
Figura 15 - Fluxograma do procedimento experimental e das técnicas realizadas neste trabalho .....	42
Figura 16 - Seção transversal do arame analisado.....	43
Figura 17 - Corpos de prova após o corte.....	43
Figura 18 - (a) Equipamento e (b) arranjo da amostra sobre a sonda usados para medição do RMB .....	46
Figura 19 - Janela de aquisição de dados para registro do sinal de RMB .....	47
Figura 20 - (a) Conjunto peça-bobina-quadro, (b) configuração de montagem para medição da curva de Histerese magnética .....	48
Figura 21 - (a) Esquema de montagem dos equipamentos para medição da Resistividade elétrica DC, (b) amostra posicionada sob a sonda de quatro terminais .....	48
Figura 22 - (a) Medidor LCR marca HAMEG, (b) conexão do conjunto peça-bobina aos terminais do medidor .....	49

Figura 23 - Seção transversal do arame com a indicação das posições analisadas: Centro e Extremidade. Direção transversal (DT), direção normal (DN) e direção longitudinal (DL).....	50
Figura 24 - Imagens de MEV da microestrutura da seção transversal do arame como recebido (CR) no (a) centro e (b) extremidade. Imagem binária da microestrutura refinada no <i>Imagej</i> no (c) centro e (d) extremidade.....	54
Figura 25 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) no arame como recebido (CR) nas posições do (a) centro e (b) extremidade.....	54
Figura 26 - Imagens de MEV da microestrutura das amostras esferoidizadas a 600 °C durante (a) e (b) 30 min, (c) e (d) 60 min, (e) e (f) 90 min, nas posições do centro e extremidade, respectivamente.....	55
Figura 27 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) das amostras esferoidizadas a 600 °C durante (a) e (b) 30 min, (c) e (d) 60 min, (e) e (f) 90 min, nas posições do centro e extremidade, respectivamente.....	56
Figura 28 - a) Grau de esferoidização (%), b) tamanho das partículas de cementita ( $\mu\text{m}^2$ ) e c) quantidade de partículas de cementita pela área observada em função do tempo (min) de tratamento térmico a 600 °C.....	58
Figura 29 - Imagens de MEV da microestrutura das amostras esferoidizadas a 700 °C durante (a) e (b) 30 min, (c) e (d) 60 min, (e) e (f) 90 min e (g) e (h) 120 min nas posições do centro e extremidade, respectivamente.....	60
Figura 30 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) das amostras esferoidizadas a 700 °C durante (a) e (b) 30 min, (c) e (d) 60 min, (e) e (f) 90 min e (g) e (h) 120 min nas posições do centro e extremidade, respectivamente.....	61
Figura 31 - a) Grau de esferoidização (%), b) tamanho das partículas de cementita ( $\mu\text{m}^2$ ) e c) quantidade de partículas de cementita pela área observada em função do tempo (min) de tratamento térmico a 700 °C.....	63
Figura 32 - Imagens de MEV da microestrutura da amostra laminada com redução de 35% seguida de esferoidização a 700 °C durante 60 min nas posições do (a) centro e (b) extremidade.....	65
Figura 33 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) da amostra laminada com redução de 35% seguida de esferoidização a 700 °C durante 60 min nas posições do (a) centro e (b) extremidade.....	65
Figura 34 - Imagens de MEV da microestrutura da amostra normalizada a 800 °C durante 60 min nas posições do (a) e (c) centro e (b) extremidade.....	66

Figura 35 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) da amostra normalizada a 800 °C durante 60 min nas posições do (a) centro e (b) extremidade .....	66
Figura 36 - a) Grau de esferoidização (%), b) tamanho das partículas de cementita ( $\mu\text{m}^2$ ) e c) quantidade de partículas de cementita pela área observada em função da temperatura e condição de tratamento térmico em um tempo de 60 min.....	67
Figura 37 - Imagens de MEV da microestrutura das amostras laminadas com reduções de (a) e (b) 5%, (c) e (d) 10%, (e) e (f) 20% e (g) e (h) 35% nas posições do centro e extremidade, respectivamente.....	69
Figura 38 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) das amostras laminadas com reduções de (a) e (b) 5%, (c) e (d) 10%, (e) e (f) 20% e (g) e (h) 35% nas posições do centro e extremidade, respectivamente.....	71
Figura 39 - a) Grau de esferoidização (%), b) inclinação das lamelas ( $^\circ$ ), c) tamanho das partículas de cementita ( $\mu\text{m}^2$ ) e d) quantidade de partículas de cementita pela área observada em função do grau de deformação na laminação .....	74
Figura 40 - Difratoograma das amostras analisadas e os respectivos picos detalhados .....	76
Figura 41 - Densidade de discordâncias e microdeformação das condições analisadas obtidos pelo refino do difratograma .....	78
Figura 42 - Variação do sinal do RMB em função do tempo de tratamento térmico a 600 °C no domínio do tempo (a) e (b), e da corrente (c) e (d), com frequências de excitação de 10 e 50 Hz, respectivamente .....	80
Figura 43 - Envelope do RMB nas seguintes condições: (a) Esferoidizadas a 600 °C, (b) tratadas a 700 °C, (c) tratadas termicamente durante 60 min e (d) laminadas .....	82
Figura 44 - Envelope do RMB das 12 amostras na condição Como Recebidas (CR) .....	83
Figura 45 - Curvas de histerese para as amostras Como Recebidas (CR), esferoidizadas a 600 e 700 °C durante 90 min e laminada com redução de 5% .....	85
Figura 46 - Variação dos parâmetros de histerese do arame como recebido, tratado termicamente e laminado a frio .....	86
Figura 47 - Comportamento da Resistividade elétrica ( $\rho$ ) nas seguintes condições: (a) esferoidizadas a 600 °C, (b) tratadas a 700 °C, (c) tratadas termicamente durante 60 min e (d) laminadas .....	87
Figura 48 - Variação da Resistividade elétrica nas amostras como recebidas (CR) nas faces tracionada e comprimida.....	88
Figura 49 - Relação entre a Indutância e o comprimento das amostras como recebidas (CR)	89

Figura 50 - Comportamento da Indutância nas condições: (a) esferoidizadas a 600 °C, (b) tratadas a 700 °C, (c) tratadas termicamente durante 60 min e (d) laminadas .....	90
Figura 51 - Relação entre a dureza e o parâmetro magnético RMSRMB com os tratamentos térmicos a (a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) tratados a 60 min, e com a (d) evolução da deformação por laminação a frio .....	91
Figura 52 - Relação entre a dureza e o grau de esferoidização (%) com os tratamentos térmicos a (a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) tratados a 60 min, e com a (d) evolução da deformação por laminação a frio .....	92
Figura 53 - Curva DSC para a amostra CR nas posições do (a) centro e (b) extremidade .....	94
Figura 54 - Comparação entre as curvas DSC nas condições Como Recebido (CR), laminadas (10 e 35%) e sob diferentes temperaturas de tratamento térmico (600, 700 e 800 °C) durante 60 min nas posições do (a) centro e (b) extremidade.....	95
Figura 55 - Reação exotérmica nas posições do (a) centro e (b) extremidade, e reação endotérmica nas posições do (c) centro e (d) extremidade da seção transversal...	97
Figura 56 - Temperaturas de início, pico e fim da reação endotérmica no centro e extremidade das amostras (a) tratadas termicamente durante 60 min e (b) laminadas, e na reação exotérmica para as mesmas amostras (c) tratadas termicamente e (d) laminadas .....	99
Figura 57 - Comparação entre a área de (a) ganho e de (b) perda de energia no centro e extremidade da seção transversal.....	100

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição química do aço (% de massa) .....	43
Tabela 2 - Esquema dos tratamentos térmicos realizados .....	44
Tabela 3 - Informações do processo de Laminação a frio das amostras .....	45
Tabela 4 - Quantificação das partículas de cementita na seção transversal do fio CR.....	54
Tabela 5 - Quantificação das partículas de cementita na seção transversal do fio tratado a 600 °C durante 30, 60 e 90 min .....	57
Tabela 6 - Quantificação das partículas de cementita na seção transversal do fio tratado a 700 °C durante 30, 60, 90 e 120 min .....	62
Tabela 7 - Quantificação das partículas de cementita na seção transversal do fio laminado (35%) seguido de tratamento a 700 °C e normalizado a 800 °C durante 60 min ..	67
Tabela 8 - Quantificação das partículas de cementita na seção transversal do fio laminado com reduções de 5, 10, 20 e 35% .....	73
Tabela 9 - Posição dos picos ( $2\theta$ ), full width at half maximum (FWHM) ( $^{\circ}$ ), distância interplanar ( $d$ ), parâmetro de rede ( $a$ ), densidade de discordâncias ( $\delta$ ) e microdeformações ( $\epsilon$ ) obtidos a partir do refino da análise por DRX.....	78
Tabela 10 - Média e Desvio Padrão (DP) dos parâmetros do RMB das amostras na condição Como Recebidas (CR) .....	84
Tabela 11 - Dados quantitativos dos parâmetros de indução máxima ( $B_{m\acute{a}x}$ ), campo máximo ( $H_{m\acute{a}x}$ ), indução de remanência ( $B_r$ ), campo coercitivo ( $H_c$ ), inclinação ( $\theta$ ) e Area da curva.....	85
Tabela 12 - Temperaturas de início, pico e fim, além da (a) energia absorvida na reação endotérmica e (b) energia perdida na reação exotérmica das curvas DSC.....	97

## SUMÁRIO

1	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	16
2	<b>OBJETIVOS</b> .....	18
2.1	<b>Objetivo Geral</b> .....	18
2.2	<b>Objetivos Específicos</b> .....	18
3	<b>MOTIVAÇÃO</b> .....	18
4	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	19
4.1	<b>Risers Flexíveis</b> .....	19
4.1.1	<i>Falhas em armaduras de tração de Risers Flexíveis</i> .....	21
4.1.2	<i>Aços para armadura de tração</i> .....	22
4.1.3	<i>Conformação mecânica dos arames</i> .....	23
4.2	<b>Deformação por laminação à frio</b> .....	24
4.3	<b>Tratamento térmico de esferoidização</b> .....	26
4.4	<b>Princípios de Magnetismo</b> .....	29
4.4.1	<i>Domínios magnéticos</i> .....	30
4.5	<b>Curva de Histerese</b> .....	33
4.6	<b>Ruído Magnético Barkhausen</b> .....	34
4.6.1	<i>Fatores que afetam o sinal do RMB</i> .....	36
4.6.2	<i>Análise do sinal RMB</i> .....	37
4.6.2.1	<i>RMS</i> .....	37
4.6.2.2	<i>Energia do RMB</i> .....	38
4.6.2.3	<i>Envelope do sinal</i> .....	38
4.7	<b>Resistividade Elétrica</b> .....	39
4.8	<b>Indutância</b> .....	41
5	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	42
5.1	<b>Metodologia</b> .....	42
5.2	<b>Materiais</b> .....	42
5.3	<b>Corte e preparação das amostras</b> .....	43
5.4	<b>Tratamentos Térmicos</b> .....	44
5.5	<b>Laminação a Frio</b> .....	45
5.6	<b>Propriedades mecânicas</b> .....	45
5.6.1	<i>Ensaio de dureza</i> .....	45

5.7	<b>Caracterização Eletromagnética</b> .....	46
5.7.1	<i>Ruído Magnético Barkhausen (RMB)</i> .....	46
5.7.2	<i>Histerese magnética</i> .....	47
5.7.3	<i>Resistividade elétrica</i> .....	48
5.7.4	<i>Indutância</i> .....	49
5.8	<b>Caracterização Microestrutural</b> .....	49
5.8.1	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i> .....	49
5.8.2	<i>Grau de esferoidização e quantificação das partículas de cementita</i> .....	50
5.8.3	<i>Difração de Raios X</i> .....	51
5.9	<b>Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)</b> .....	52
6	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	53
6.1	<b>Caracterização Microestrutural</b> .....	53
6.1.1	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e quantificação das partículas de cementita</i> .....	53
6.1.2	<i>Difração de Raios X (DRX)</i> .....	75
6.2	<b>Propriedades Eletromagnéticas</b> .....	79
6.2.1	<i>Ruído Magnético Barkhausen (RMB)</i> .....	79
6.2.2	<i>Histerese Magnética</i> .....	84
6.2.3	<i>Resistividade Elétrica</i> .....	86
6.2.4	<i>Indutância</i> .....	88
6.3	<b>Propriedades Mecânicas</b> .....	90
6.3.1	<i>Ensaio de dureza</i> .....	90
6.4	<b>Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)</b> .....	94
7	<b>CONCLUSÕES</b> .....	101
8	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	103
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	104

## 1 INTRODUÇÃO

Os dutos flexíveis, tipicamente *risers* ou *flowlines*, são tubulações constituídas de camadas em aço e polímeros, os quais são responsáveis pelo escoamento de petróleo entre o poço de extração submarina e a unidade marítima de produção *offshore* flutuante. À medida que se avança para maiores profundidades, grandes desafios são enfrentados, como maior força das correntes marinhas, altas pressões, maior peso do duto, etc. Como solução para alguns desses problemas, os dutos flexíveis têm se mostrado mais eficazes e vêm sendo amplamente utilizados para águas profundas.

Dados recentes afirmam que cerca de 70% das reservas de hidrocarbonetos conhecidas no Brasil estão situadas em águas profundas ou ultra profundas. A complexidade dessas operações, associada com o crescente aumento na demanda por produtos derivados de petróleo e gás, impõe novos desafios para a indústria de exploração e produção de óleo, aumentando a demanda por novas tecnologias associadas aos dutos flexíveis (SIMÕES, 2011).

Atualmente, a Petrobras possui mais de cinco mil quilômetros de dutos flexíveis instalados, o que representa um capital investido superior a dez bilhões de reais. Nos últimos anos, as condições operacionais das unidades de produção em águas profundas têm permitido a observação de falhas em dutos flexíveis, o que provoca altos gastos no reparo e recuperação do sistema (PEREIRA, 2016).

Um dos principais mecanismos de falhas nos dutos flexíveis é o rompimento dos arames da sua armadura de tração. Portanto, há a necessidade do desenvolvimento de técnicas de medição e monitoramento contínuo dos equipamentos, com a finalidade de detectar possíveis defeitos nesses arames e prevenir falhas catastróficas.

A fabricação dos arames da armadura de tração envolve processos de deformação plástica, como laminação a quente, trefilação e laminação a frio, os quais geram tensões residuais e provocam defeitos na rede cristalina. As discordâncias são responsáveis pela maioria dos aspectos da deformação plástica dos metais, o que, conseqüentemente, influencia de forma marcante nas propriedades mecânicas. A densidade de discordâncias é uma característica microestrutural amplamente estudada no meio científico e é objeto de estudo deste trabalho. A análise da densidade de discordâncias pode ser investigada por várias técnicas instrumentais, entre elas a difração de raios X (DRX).

Para se obter propriedades e estruturas específicas em um material inicialmente trabalhado por laminação, os ciclos de tratamentos térmicos devem ser otimizados, de forma a trazer melhor desempenho a este material. Dentre esses tratamentos encontra-se o de

esferoidização, o qual é aplicado a aços de alto e médio carbono que serão deformados ou usinados, para obter uma microestrutura com menor dureza, adequada a estas operações. Esta redução de dureza é conseguida pela esferoidização dos carbonetos presentes na matriz ferrítica, quando o aço é mantido em temperaturas e tempos adequados para que ocorra uma mudança na morfologia destes carbonetos (ROCHA, 2001).

As técnicas magnéticas têm se mostrado uma boa opção para avaliação não destrutiva, caracterização do estado de tensões e transformações microestruturais em componentes de engenharia, como os *risers* flexíveis. Tais técnicas são de grande importância pois permitem o acompanhamento contínuo de suas condições, inclusive em alterações morfológicas e processos de recuperação e recristalização de grãos quando submetidos a tratamentos térmicos (GUR e DAVUT, 2008; GURRUCHAGA *et al*, 2010).

Diante disso, este trabalho pretende contribuir com o entendimento do comportamento dos sinais eletromagnéticos de um arame submetido a diferentes combinações de temperatura e tempo de tratamentos isotérmicos e deformações plásticas que provocam transformações microestruturais. Foram utilizadas técnicas baseadas principalmente no Ruído Magnético Barkhausen (RMB), mas também em medições de indutância, resistividade elétrica e histerese magnética. A caracterização microestrutural e mecânica foi realizada através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), difração de Raios-X, Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e ensaios de dureza Rockwell.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo Geral

O objetivo deste trabalho é analisar a influência da variação do tempo e da temperatura no tratamento térmico de esferoidização, e de diferentes níveis de encruamento por deformação a frio nas alterações microestruturais, geração de discordâncias e propriedades magnéticas de um aço usado na fabricação de arames de *risers* flexíveis.

### 2.2 Objetivos Específicos

- Determinar os efeitos das condições de tratamento térmico e do processo de deformação por laminação a frio na microestrutura, tamanho das partículas de cementita obtidas, grau de esferoidização e homogeneidade;
- Avaliar a evolução da densidade de discordâncias e microdeformações das amostras como recebida, tratadas termicamente e deformadas plasticamente, através da difração de raios-X;
- Analisar as correlações entre diferentes parâmetros do sinal de Ruído Magnético Barkhausen (RMB), tais como frequência e corrente, com a dureza do material, distribuição de tensões e taxas de deformação aplicada;
- Investigar a influência das transformações microestruturais provocadas pelos processos de laminação e tratamentos térmicos no comportamento eletromagnético observado por meio da resistividade elétrica, indutância, histerese magnética e RMB.

## 3 MOTIVAÇÃO

A compreensão da relação entre o comportamento eletromagnético, as transformações microestruturais e a presença de discontinuidades, como trincas e defeitos cristalinos, em aços usados na fabricação de dutos flexíveis é de suma importância na prevenção de falhas catastróficas, pois permite o uso de técnicas eletromagnéticas para monitoramento não destrutivo do material desses dutos em áreas críticas de operação.

Levando tais informações em conta, é importante conhecer as transformações que ocorrem no material ao sofrer tratamentos térmicos e deformações plásticas, e se estas

transformações ocorrem de maneira homogênea no arame, pois o controle da microestrutura e propriedades mecânicas é fundamental na escolha dos processos e materiais utilizados para a fabricação dos *risers* flexíveis.

## 4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 4.1 Risers Flexíveis

O trecho suspenso do duto que conecta a unidade de exploração e produção a um equipamento no fundo do leito marinho é chamado *riser* (SILVA, 2011). Do ponto de vista estrutural, os *risers* podem ser rígidos ou flexíveis. Algumas das principais vantagens da utilização de *risers* flexíveis em relação aos rígidos na indústria do petróleo são: alta flexibilidade, o que justifica o uso em conexões permanentes entre o sistema de produção e instalações submarinas que apresentem movimento relativo; alta resistência a trações axiais, o que proporciona alta resistência às ondas, ventos, correntes marinhas, entre outros; capacidade de ser armazenado em rolos, o que reduz o custo de transporte e instalação (CARVALHO, 2017).

Apesar do custo superior aos componentes rígidos, os tubos flexíveis são estruturas compostas que oferecem alta resistência aos carregamentos assimétricos, tais como tração, torção e pressão, possuindo também uma baixa resistência ao dobramento. Esse desempenho é alcançado por meio da utilização de tubos poliméricos complacentes, para o isolamento dos elementos, e camadas helicoidais de aço, para garantir a resistência mecânica à estrutura (PETROBRAS, 1994).

Dolinski (2009) afirma que a composição do *riser* flexível por diferentes materiais possui como objetivo combinar as melhores propriedades de cada um deles formando uma estrutura ideal. O duto é constituído de diversas camadas, cada uma exercendo uma função específica. Na Figura 1 é possível observar como são distribuídas as camadas que compõem um duto flexível.

Figura 1 - Configuração geral de um duto flexível



Fonte: GONZALEZ *et al.* (2015)

A configuração geral dos dutos apresenta-se dividida nas seguintes camadas:

Carcaça: é a camada mais interna do tubo, composta por um perfil metálico de forma helicoidal, geralmente composta de aço inoxidável, duplex ou super duplex (API RP 17B, 2014). Sua principal função é evitar o colapso da camada de estanqueidade nos casos de aumento de pressão externa ou anular do tubo.

Camada polimérica interna: também chamada de camada de estanqueidade, tem a função de impedir a permeabilidade de gases para camadas posteriores e transmitir os esforços oriundos do aumento da pressão interna para as armaduras seguintes (LEÃO *et al.*, 2014).

Armadura de pressão: é uma camada metálica, em aço carbono, de assentamento helicoidal com ângulo próximo de 90° em relação ao eixo do tubo, o que a caracteriza também como uma camada com elevada rigidez na direção radial (NEGREIROS, 2016). Tem como principal função resistir a esforços radiais devido a diversos fatores operacionais, tais como pressão interna e esforços causados pela armadura de tração. Fornece também resistência adicional à carcaça em caso de exposição desta camada à pressão externa, caso haja dano em alguma outra parte do duto (MARTINS, 2008).

Armadura de tração: é uma camada metálica composta por arames de aço enrolados em forma de helicóide. Encontra-se externamente à armadura de pressão, disposta em pares e em sentidos de hélices opostos com o objetivo de diminuir os efeitos dos esforços torcionais devido ao desbalanceamento de cargas quando tracionado. Sua principal função é resistir à tração e às cargas compressivas, além de suportar as cargas radiais de pressão interna. O material usado deve ser o aço carbono ou aço liga de alta resistência mecânica (~1400 MPa) do tipo ABNT 1060 (MARTINS, 2008).

Camada polimérica externa: É a camada mais externa de um duto, tendo a função principal de isolar as camadas internas do ambiente externo por meio de vedação nos conectores, e proteger as fitas e as armaduras de impactos mecânicos durante transporte e manuseio (LEÃO *et al.*, 2014).

Além das camadas apresentadas, um tubo flexível pode ser composto por outras camadas adicionais, a depender da sua aplicação, condições operacionais e do fluido transportado.

O elemento de conexão entre a terminação do *riser* e a plataforma é outro ponto importante na estrutura dos dutos flexíveis. Neste ponto, há uma alta concentração de tensão cíclica para fadiga devido à curvatura do duto que é fixada na terminação, influência das marés, movimentação da plataforma e junção das diversas camadas do duto flexível a uma estrutura rígida (CARVALHO, 2017). Os principais danos ocorrem devido ao calor e dobramento, alterando a microestrutura do metal, manuseio de ferramentas, gerando trincas na superfície do arame, e a fixação desbalanceada da armadura de tração, podendo gerar uma diferença na distribuição de cargas dos arames.

#### ***4.1.1 Falhas em armaduras de tração de Risers Flexíveis***

A Petrobras desenvolveu um estudo sobre os tipos de falhas que levam os *risers* a perderem sua funcionalidade. Este estudo resultou na Norma CONTEC (Comissão de Normas Técnicas) N-2409 que descreve os tipos de falhas e os locais de ocorrência. Como se trata de uma estrutura composta por vários materiais distintos, existem diversas possibilidades de falhas associadas à operação dos dutos flexíveis.

Para as condições de operações dos *risers* no Brasil, sujeitos a pressões internas relativamente baixas, mas expostos a altos níveis de pressão, a ruptura dos arames da armadura de tração na conexão tem sido apontada como o principal modo de falha a ser investigado. Nesta região, os arames estão sujeitos a tensões na ordem de 30 a 50 % do limite de escoamento do material (PEREIRA, 2016). Deve-se considerar também que a ruptura das camadas protetoras permite a passagem de soluções corrosivas, como gases e água do mar, para o interior do duto, acelerando o processo de degradação através da combinação de fatores associados à fadiga e a corrosão. Em razão disso, a verificação da vida útil desses *risers* vem se tornando cada vez mais importante, justificando o desenvolvimento de metodologias confiáveis de inspeção e estimativa da vida remanescente desses componentes (MARTINS, 2008).

É importante destacar que a ruptura de um arame isolado não gera uma falha catastrófica na linha, no entanto, a tensão nos arames adjacentes é aumentada, podendo causar uma ruptura progressiva na região. A falha catastrófica causa grandes prejuízos para a empresa, tais como: perdas humanas, perdas mecânicas, paradas não programadas e problemas ambientais. Neste sentido, se torna de suma importância o monitoramento e inspeção das condições estruturais do duto (MARTINS, 2008).

#### **4.1.2 Aços para armadura de tração**

Os arames usados nas armaduras de tração possuem geometria de seção transversal quase retangular, com faces superior e inferior planas e laterais arredondadas. O número de arames por armadura varia entre 30 e 80 e o ângulo de assentamento de helicóide de 20 a 60° em relação ao eixo do tubo (API RP 17B, 2014). Esses parâmetros, juntamente com as propriedades mecânicas do aço do arame são fundamentais no projeto do tubo flexível, especialmente para aplicações dinâmicas e submetidos a elevada tração.

Para os casos de aplicação em águas profundas, as camadas de armadura de tração tornam-se ainda mais importantes, visto o grande aumento do peso suspenso na configuração em catenária livre. Por isso, o uso de aços de elevada resistência mecânica para resistir elevadas cargas e ter maior vida à fadiga, com diminuição do peso por metro, é um dos grandes desafios tecnológicos da área de *risers* flexíveis (BRACK *et al.*, 2008).

Aços de médio e alto carbono são utilizados em armaduras de tração quando há exigência de elevada resistência mecânica e não há restrições quanto ao tipo de serviço. Remita *et al.* (2008) apresentam que diferentes aços, com teores de carbono variando entre 0,1% e 0,75%, são utilizados em tubos flexíveis. Arames de alta resistência mecânica com composição química, tratamento térmico e controle de qualidade especificamente adaptados têm sido desenvolvidos para estarem adequados aos possíveis meios corrosivos severos aos quais eles venham a ser submetidos. Em ambientes ácidos, a região das armaduras de tração do tubo flexível pode ser contaminada com espécies ativas suficientes para induzirem fragilização por hidrogênio, o que requer um controle da microestrutura, de impurezas como enxofre, fósforo e gases dissolvidos, e da resistência mecânica (DUPOIRON; CONDAT, 2003).

A microestrutura resultante do processo de fabricação dos arames é na maioria dos casos perlítica. Os aços conhecidos como hipoeutetóides, quando resfriados da fase líquida até a temperatura ambiente formam uma microestrutura composta por ferrita proeutetóide e perlita

(que é uma combinação de camadas de ferrita e cementita alternadas entre si em uma estrutura lamelar).

Durante a trefilação de aços perlíticos, a progressiva deformação plástica imposta ao arame promove uma alteração na orientação da perlita, assim como no espaçamento interlamelar. As lamelas de cementita, juntamente com a ferrita, tendem a ficar orientadas na direção do eixo da trefilação, com simultânea diminuição do espaçamento entre elas. Desta forma, o aumento de resistência mecânica do aço trefilado é, em grande parte, dado pela diminuição do espaçamento entre lamelas de cementita, impondo maior restrição ao movimento de discordâncias na ferrita (LAMONTAGNE, 2014; TORIBIO, 2004). Além do efeito do espaçamento interlamelar, o aumento de densidade de discordâncias na matriz e o efeito do endurecimento por solução sólida devido à dissolução da cementita também contribuem para o aumento da resistência mecânica (LAMONTAGNE, 2014). De acordo com Gravičljuk (2003) e Min *et al.* (2010), a dissolução parcial da cementita se baseia no fato de que a energia de interação entre uma discordância e um átomo de carbono é maior que a energia de ligação entre os átomos de ferro e carbono na cementita. Durante a deformação, os átomos de carbono ficam aprisionados às discordâncias, que provocam o cisalhamento das lamelas, transportando o carbono da cementita para a ferrita.

#### ***4.1.3 Conformação mecânica dos arames***

Os fabricantes de arames para tubos flexíveis combinam a composição química, conformações mecânicas e tratamentos térmicos a fim de atingir uma determinada especificação e requisito para atender determinado cliente. O processo de conformação de um arame na fábrica passa por diversas etapas desde o recebimento do fio máquina, que é a matéria prima vinda da usina.

De acordo com Negreiros (2016), o processo simplificado da fabricação dos arames, mostrado no fluxograma da Figura 2, passa pelas seguintes etapas: O fio máquina é submetido ao tratamento térmico de patentamento. Neste tratamento isotérmico, o aço é austenitizado e resfriado rapidamente até uma temperatura na região o joelho da curva TTT (~500 – 540°C) utilizando um banho de chumbo ou sais fundidos. Nesta faixa de temperatura, a transformação da austenita produz uma microestrutura de perlita fina e bainita superior. Após o tratamento, há a limpeza por decapagem química do material. O arame de seção circular é trefilado a frio e, posteriormente, submetido à laminação, também à frio, para modelagem do perfil desejado. Ao final do processo, ocorre a inspeção por corrente parasita para garantir que

não existem defeitos na superfície do arame após a laminação. Caso seja necessário, parte da ductilidade perdida durante a deformação plástica a frio pode ser restituída por tratamento térmico para recuperação e alívio de tensões.

Figura 2 - Fluxograma do processo de fabricação do arame na indústria



Fonte: NEGREIROS (2016)

O fio, recebido do fornecedor em bobinas, é processado através de um árduo caminho de deformação plástica cíclica até a etapa final de fabricação dos tubos flexíveis. Isso, e o fato de que os fios finalmente colocados no tubo não são descarregados elasticamente, quando não há o tratamento para alívio de tensões, significa que os fios têm uma tensão residual significativa após a fabricação do tubo. A tensão resultante no fio durante o serviço será uma combinação das tensões residuais e da tensão criada pelo carregamento externo. Portanto, um conhecimento da magnitude das tensões residuais no fio de tração é essencial para projetar os fios de forma que funcionem em condições de serviço sem comprometer a integridade (FERNANDO *et al.*, 2017), sendo que essas tensões podem exercer efeitos favoráveis ou não.

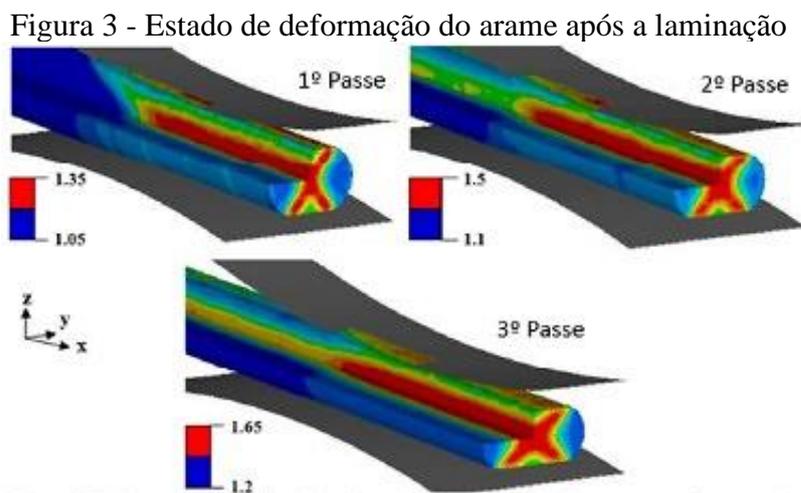
A deformação plástica também introduz alterações significativas na microestrutura de um metal. A primeira é a mudança no formato dos grãos. Durante o processo de deformação, são geradas continuamente discordâncias que interagem diretamente entre si ou com outras imperfeições, ou indiretamente com o campo de tensões internas de várias imperfeições e obstáculos. Estas interações levam a uma redução na mobilidade das discordâncias provocando o seu acúmulo, o que é acompanhado pela necessidade de uma tensão maior para realizar o deslizamento, isto é, as deformações adicionais (MEYERS; CHAWLA, 1982).

## 4.2 Deformação por laminação à frio

A laminação é um processo de deformação amplamente utilizado para a fabricação de arames com perfis. Esse processo é executado por compressão direta e sem retirada do material, fazendo com que a peça sofra uma deformação plástica que resulta na redução da área

de sua secção transversal e no aumento do seu comprimento e largura. O material é submetido a altas tensões compressivas devido à prensagem dos rolos e tensões cisalhantes superficiais resultantes da fricção entre os rolos e o material. (DIETER, 1981). A passagem da peça pelos cilindros ocorre através da ação da força de atrito que atua na superfície de contato entre as peças e os cilindros (BRESCIANI FILHO *et al.*, 2011).

O campo de tensões desenvolvido durante a laminação pode influenciar muito no serviço e desempenho desses arames. O estado de deformações de um arame de aço alto carbono submetido a três passes de laminação a frio foi analisado por Massé (2010) utilizando elementos finitos. O que se observou foi uma deformação heterogênea em forma de cruz, onde tensões trativas se formam ao longo da superfície do arame, e tensões compressivas se mantêm na região central, conforme mostrado na Figura 3.



Fonte: MASSÉ (2010)

Os processos de laminação podem produzir alterações diferenciadas na microestrutura do material nas regiões superficiais e centrais. Quando se observou a microestrutura do material usado por Massé (2010), pôde-se verificar uma microestrutura mais refinada no centro do arame em comparação com as bordas, em função do maior grau de deformação. Medições de microdureza na seção transversal do arame feitas por Kazeminezhad e Taheri (2006) também mostraram maiores valores de dureza no centro em relação às bordas, indicando um maior nível de encruamento e densidade de discordâncias nessa região.

A deformação plástica provocada pela laminação também causa alterações nas propriedades magnéticas. Kronmuller (1972) fez um importante estudo da interação entre a densidade de discordâncias e domínios magnéticos de materiais ferromagnéticos. Foi observado

que a direção de magnetização espontânea é notoriamente influenciada pelos campos de tensão elástica presentes. Portanto, a magnetização espontânea se alinha na direção em que as tensões internas estão relaxadas por uma apropriada magnetostricção. Como consequência, na região vizinha a uma discordância, onde há tensões de tração e compressão, a magnetização espontânea se torna heterogênea. O autor descreve que a presença de uma discordância cuja linha seja paralela à parede de domínio dará origem a uma força paralela à direção normal ao plano da parede. Para que uma parede de domínio possa se mover e ultrapassar uma discordância, a parede deve superar um valor máximo de interação (KRONMULLER, 1972).

### **4.3 Tratamento térmico de esferoidização**

O tratamento térmico é um método eficaz para controlar o comportamento mecânico, magnético e microestrutural do material. Alguns tipos de tratamentos térmicos, normalmente variações do recozimento, tendem a aumentar a ductilidade de um material, reduzindo assim a força necessária para a realização de uma mesma deformação neste material sem o tratamento térmico, ou ainda aumentando o seu limite de deformação. Quando uma estrutura perlítica lamelar é substituída por uma estrutura ferrítica com esferoides de carbonetos, nota-se uma significativa modificação nas propriedades mecânicas desse produto. Esta nova estrutura irá conferir ao aço propriedades tais, que proporcionarão ao material uma maior facilidade na conformação de peças trabalhadas a frio fabricadas a partir daquele material (FAGUNDES, 2006).

A microestrutura esferoidizada se formará a partir de qualquer microestrutura anterior, por aquecimento a temperaturas próximas à temperatura eutetóide e por períodos suficientemente longos para permitir o desenvolvimento dependente da difusão de partículas esféricas de cementita (GUR; DAVUT, 2008). Quando a microestrutura inicial é perlítica, as placas ou lamelas de cementita se quebram em pequenas partículas que eventualmente assumem forma esférica. Uma vez quebradas, as menores partículas esféricas se dissolvem às custas do crescimento das maiores em função da redução da energia interfacial (FAGUNDES, 2006).

O conhecimento prévio das propriedades e microestrutura de um material é muito importante para se determinar qual o processamento termomecânico (ciclos de tratamento térmico e/ou deformação plástica) que permite a melhor utilização de uma liga disponível para um determinado trabalho. Em função do ciclo térmico de esferoidização, pode haver variações no tamanho e distribuição dos carbonetos, como também no tamanho de grão ferrítico, os quais

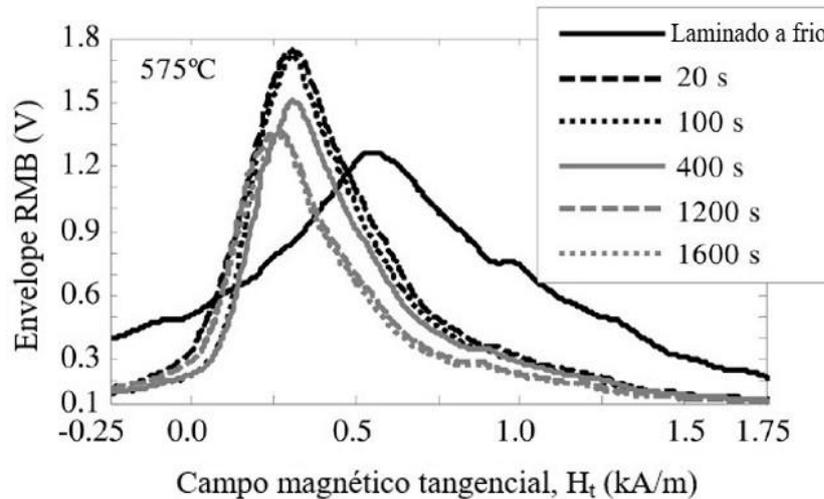
podem alterar, significativamente, a ductilidade e, conseqüentemente, a conformabilidade dos aços tratados (FAGUNDES, 2006).

Com o aquecimento do material a temperaturas suficientemente elevadas, dois processos, recuperação e recristalização, competem entre si pela energia interna acumulada como consequência da deformação a frio.

A recuperação já ocorre a temperaturas relativamente baixas e envolve o movimento e aniquilação de defeitos pontuais, bem como a aniquilação e rearranjo das discordâncias, o que conduz à formação de fronteiras de subgrãos. Para um aço perlítico deformado, estudos apontam que a recuperação começa rapidamente com o rearranjo de discordâncias para formar configurações mais favoráveis energeticamente, minimizando a energia armazenada (STOROJEVA *et al*, 2004). Na recristalização há a eliminação do excesso de defeitos cristalinos, a redistribuição das discordâncias acumuladas nos contornos de grão durante a deformação e a nucleação de novos grãos pela migração dos contornos de alto ângulo, com conseqüente diminuição da energia interna (HASHIMOTO, 2019).

Estudos anteriores em aços laminados a frio mostraram que alguns parâmetros de histerese magnética e RMB podem ser úteis para acompanhar o progresso da recuperação e detectar o início da recristalização que ocorrem durante o recozimento do material (GURRUCHAGA *et al*, 2010; OYARZÁBAL *et al*, 2007). A Figura 4 mostra o comportamento do envelope do RMB em um aço baixo carbono (0,03 %C – 0,38 %Mn – 0,11 %Si – 0,0004 %S – 0,037 %P – 0,035 %Al – 0,004 %N) inicialmente laminado a frio com redução de 76%. À medida que o tempo de recozimento aumenta, um pico mais estreito do envelope é observado. A amplitude do pico, no entanto, tem um aumento e em seguida obtêm-se uma diminuição contínua com o progresso da recristalização. Esse comportamento pode ser explicado pelo aumento gradativo da área de contornos de grão à medida que ocorre o processo de recristalização dos novos grãos.

Figura 4 - Envelope do RMB em função do campo magético tangencial ( $H_t$ ) durante o recozimento a 575 °C



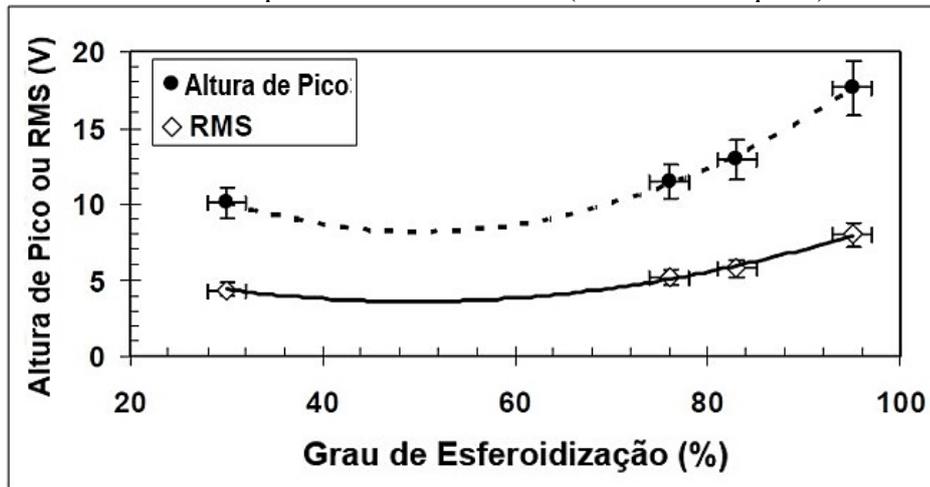
Fonte: Adaptado de GURRUCHAGA *et al.* (2010)

Propriedades eletromagnéticas, como a condutividade elétrica, se alteram bem mais rapidamente do que as propriedades mecânicas durante as transformações microestruturais que ocorrem no tratamento térmico (ESPINOZA, 1993). Gur e Davut (2008) investigaram os efeitos do tratamento térmico de esferoidização pelo método do Ruído Magnético Barkhausen (RMB) aplicado em um aço SAE 1060.

As paredes de domínio (tópico 4.4.1) tendem a se fixar nas lamelas de cementita. À medida que o tempo de esferoidização aumenta, as lamelas desaparecem completamente e quase toda a cementita é esferoidizada. A distância média entre os locais de fixação aumenta, permitindo que as paredes do domínio se movam mais livremente. Portanto, um campo mais fraco é suficiente para a reversão da magnetização devido aos deslocamentos mais fáceis da parede do domínio. Essas mudanças morfológicas resultam em um aumento da atividade de Barkhausen, ou seja, o pico de RMB fica mais alto e muda para forças de campo aplicadas mais baixas (GUR e DAVUT, 2008). O gráfico da Figura 5 apresenta esses resultados.

A partir do que foi observado, percebe-se que a medição do ruído magnético de Barkhausen (RMB) pode ser um bom método para o monitoramento não destrutivo das transformações microestruturais e morfológicas que ocorrem em aços tratados termicamente.

Figura 5 - Correlação entre o grau de esferoidização (%) e os parâmetros de RMB: altura de pico e valores de RMS (Root Mean Square)



Fonte: Adaptado de GUR e DAVUT (2008)

#### 4.4 Princípios de Magnetismo

As propriedades magnéticas de materiais ferromagnéticos se originam principalmente dos momentos magnéticos dos elétrons, devido ao seu movimento orbital e de rotação em torno de seu próprio eixo. Algumas destas propriedades, como a força coercitiva, permeabilidade e as características do ruído magnético Barkhausen emitido durante a magnetização, sofrem grande influência das características de fabricação destes materiais, principalmente relacionado à sua composição química e processamento termomecânico (JILES, 1998).

A indução magnética  $B$  de uma peça ferromagnética no interior de um solenoide, o qual é responsável pela geração do campo magnético, é dada pela soma do campo aplicado  $H$ , e do campo externo da magnetização  $M$ , de acordo com a Equação 1. O momento magnético induzido por unidade de volume gerado pela peça é chamado de intensidade da magnetização ou simplesmente magnetização (GRIJALBA, 2010).

$$B = \mu_0(H + M) \quad (1)$$

onde  $\mu_0 = 4\pi 10^{-7} \left[ \frac{Tm}{A} \right]$  é a permeabilidade magnética no vácuo. Os materiais magnéticos que são facilmente magnetizados têm alta permeabilidade magnética.

De acordo com a teoria micromagnética, as propriedades mecânicas e magnéticas dos materiais ferromagnéticos são influenciadas pelos defeitos cristalinos. Desta forma, tais

propriedades são dependentes e sensíveis às variações microestruturais, tensões residuais, tensões de carga, dureza e parâmetros metalúrgicos, funcionando como um sensor intrínseco para caracterização de materiais (TONSHOFF; KARPUSCHEWSKI; REGENT, 1999).

Atualmente, cada vez mais as indústrias e os pesquisadores têm dedicado esforços para o desenvolvimento de métodos capazes de medir tensões atuantes e tensões residuais em componentes de engenharia de forma precisa, rápida e que não danifique a amostra (GAUTHIER; KRAUSE; ATHERNON, 1998). Sendo assim, torna-se possível analisar as características dos materiais ferromagnéticos por meio da sensibilidade apresentada por estas propriedades e seu histórico de fabricação, permitindo o seu uso como ferramenta na avaliação não destrutiva.

#### ***4.4.1 Domínios magnéticos***

Nos materiais ferromagnéticos existem grandes volumes de átomos nos quais os momentos magnéticos estão alinhados segundo uma direção de magnetização espontânea ou de fácil magnetização. Estas regiões são conhecidas como domínios magnéticos, onde todos os átomos possuem spins alinhados em uma mesma direção e sentido (GRIJALBA, 2010).

Para um material policristalino, no caso de não existir uma magnetização externa ou residual, os domínios estão orientados aleatoriamente, de maneira que a soma de todos os momentos magnéticos é zero (MORGAN, 2013), conforme apresentado na Figura 6.

Mas, normalmente, os grãos desses materiais encontram-se orientados de uma forma não aleatória, apresentando uma orientação preferencial denominada textura cristalográfica, a qual está definida pela função de distribuição das células unitárias, independente do seu tamanho e forma (BUNGE, 1989). Há uma maior facilidade de magnetização em certas direções cristalográficas preferenciais, o que mostra a existência de uma anisotropia magneto-cristalina no material.

Figura 6 - Representação dos domínios magnéticos

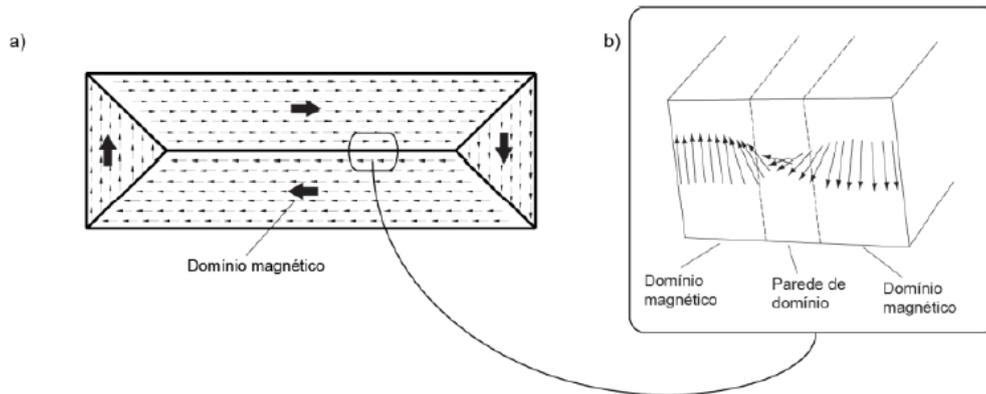


Fonte: GRIJALBA (2010)

À medida que um campo magnético alternado é aplicado no material, ocorre o crescimento dos domínios que possuem momentos magnéticos orientados na mesma direção, fazendo com que as paredes de domínio orientadas aleatoriamente se desloquem de forma favorável ao campo aplicado. Desta forma, restam os domínios magnetizados na mesma direção, porém com sentidos contrários, enquanto outros domínios de direções de magnetização não favoráveis, são aniquilados. Por fim, as paredes de domínio do material giram até alcançar um alinhamento total com a direção e o sentido do campo aplicado (MORGAN, 2013). Este último fenômeno ocorre em campos de alta intensidade, pois é necessário um acréscimo de energia para orientar os domínios magnéticos em uma direção diferente da direção de fácil magnetização do cristal (MARTINS, 2008).

O deslocamento angular total através de uma parede de domínio é normalmente de  $180^\circ$  ou  $90^\circ$  (GRIJALBA, 2010). As fronteiras de  $180^\circ$  separam domínios de mesma direção, mas com sentidos de magnetização contrários, nas quais os spins giram  $180^\circ$  de um domínio para o domínio adjacente. As fronteiras de  $90^\circ$  separam domínios com diferentes direções, nas quais os spins giram  $90^\circ$  de um domínio para o domínio adjacente. A largura da fronteira varia entre  $10^2$  a  $10^3$  Angstroms (CHIKAZUMI, 1966) e a mudança de orientação dos spins na fronteira se dá de forma suave. A Figura 7 mostra como ocorre a mudança de direção dos spins entre domínios com direções de magnetização oposta ( $180^\circ$ ).

Figura 7 - Estrutura de parede de domínio de 180°



Fonte: MORGAN (2013)

Paredes de domínios são as interfaces entre regiões onde a polarização espontânea tem diferentes direções. A polarização deve mudar no interior da parede (conforme mostrado na figura 7 (b)). Neste sentido, as paredes possuem espessura finita de modo a alcançar o equilíbrio entre a energia de troca (que força ao paralelismo) e a anisotropia magnetocristalina (que força os domínios a se orientarem em direções específicas) (MARTINS, 2008).

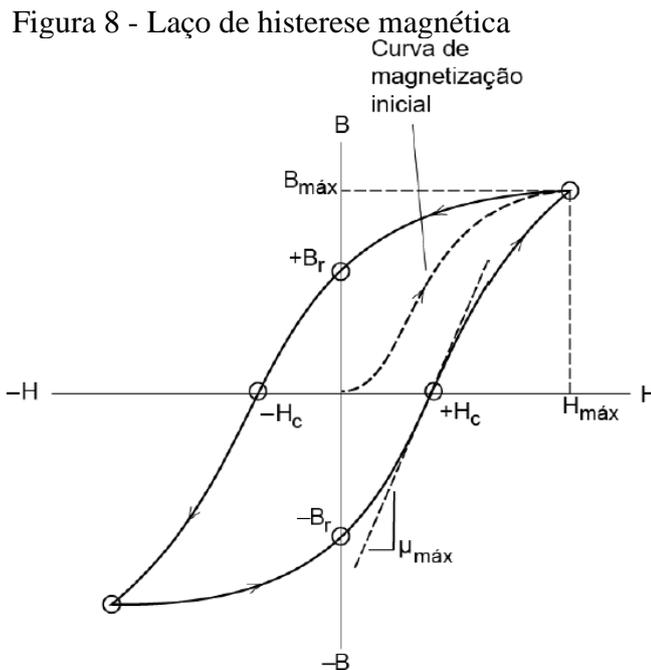
A facilidade com que as paredes dos domínios se movem está relacionada com a energia magnetostática total, que varia com o tamanho, forma e microestrutura do material. A movimentação é afetada pela presença de tensões residuais e defeitos tais como vazios, inclusões, partículas de segunda fase, discordâncias, defeitos pontuais e contornos de grão. Essas heterogeneidades estruturais atuam como barreiras na movimentação das paredes de domínios, que ocorrem em saltos, e não de forma contínua (MARTINS, 2008; GRIJALBA, 2010).

Os movimentos e rotações das paredes podem ser reversíveis ou irreversíveis. Quando uma parede de domínio encontra um ponto de ancoragem no processo de magnetização, a energia requerida para se movimentar e ultrapassá-lo aumenta. O processo continua até a parede encontrar um novo defeito onde fica novamente ancorada. Quando a magnetização é retirada, os domínios não conseguem retornar a sua configuração original, fazendo com que a movimentação das paredes seja irreversível (MORGAN, 2013).

Portanto, o processo de magnetização não é contínuo, o seja, é composto por pequenos saltos produzidos pela movimentação das paredes de domínio de defeito em defeito. Esses saltos de magnetização produzem um fenômeno conhecido como “Efeito Barkhausen” (GRIJALBA, 2010).

#### 4.5 Curva de Histerese

O laço de histerese é a curva de magnetização característica de um material ferromagnético, a qual é obtida pela relação entre os valores da intensidade de magnetização  $M$  ou da indução magnética  $B$  em função do campo magnético externo  $H$ . A forma da curva é sensível a parâmetros como intensidade do campo magnetizante, frequência de magnetização, temperatura, microestrutura do material e tensão residual ou aplicada. A área dentro do laço representa uma perda de energia (MORGAN, 2013). A Figura 8 apresenta uma curva típica de histerese com os principais parâmetros que podem ser analisados através dela, tais como: intensidade de campo magnético máximo aplicado externamente ( $H_{máx}$ ), indução magnética máxima ( $B_{máx}$ ), campo coercitivo ( $H_c$ ), indução de remanência ( $B_r$ ) e permeabilidade máxima ( $\mu_{máx}$ ).



Fonte: MORGAN (2013)

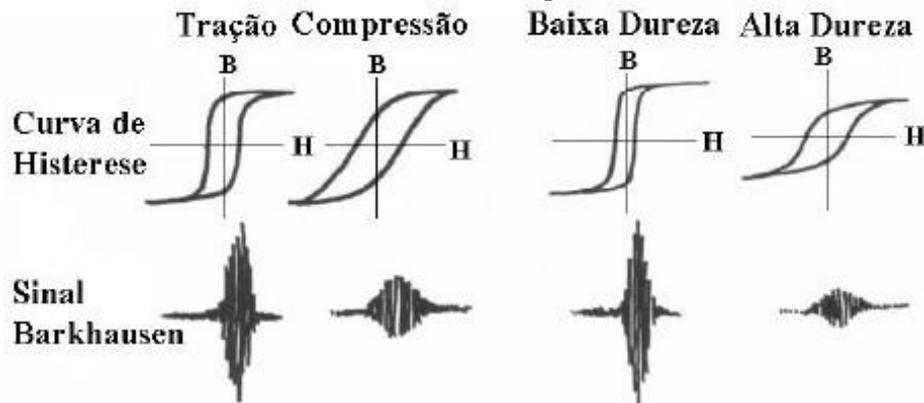
Através da figura anterior, observa-se que a curva de magnetização inicial (linha tracejada) não é retrçada quando os valores de campo sofrem uma diminuição ao atingirem a chamada região de magnetização irreversível. Este comportamento se deve principalmente à rotação irreversível da magnetização dos domínios e ao deslocamento irreversível das fronteiras dos domínios. O aumento da intensidade de campo magnético aplicado externamente ( $H$ ) ocasiona o aumento do valor da indução magnética ( $B$ ) até os domínios da amostra macroscópica se alinharem com a direção do campo aplicado, atingindo a saturação de

magnetização ( $M_{máx}$ ). Ao reduzir a intensidade do campo magnético, a curva percorre uma trajetória que passa pelo zero, sofre inversão e atinge novamente a região de saturação do material (FARIAS, 2005).

Dependendo da forma do laço de histerese, os materiais magnéticos podem ser classificados como materiais magnéticos moles, que são relativamente fáceis de magnetizar e desmagnetizar, atingindo o  $B_{máx}$  com um campo aplicado relativamente baixo, e materiais magnéticos duros, onde ambos os processos são mais difíceis de serem atingidos, devido ao alto campo coercitivo ( $H_c$ ) (MORGAN, 2013). Por esse motivo, materiais magneticamente e mecanicamente duros apresentam curvas de histerese mais largas. Esse efeito ocorre devido uma maior barreira de energia a ser ultrapassada para que ocorra o movimento de um conjunto de paredes de domínio (MARTINS, 2008).

O formato da curva também está relacionado à presença de tensões residuais. Tensões compressivas produzem um laço de histerese largo, e baixos valores de amplitude do sinal Barkhausen. Este efeito está relacionado à imposição ao crescimento dos domínios magnéticos pela presença das tensões. O efeito inverso ocorre para tensões residuais trativas atuando na direção de magnetização, onde a curva de histerese é estreita e o sinal de Barkhausen possui altos níveis de amplitude (Figura 9) (MARTINS, 2008).

Figura 9 - Influência do estado de tensões residuais e da dureza (magnética e mecânica) na curva de Histerese e na amplitude do sinal Barkhausen



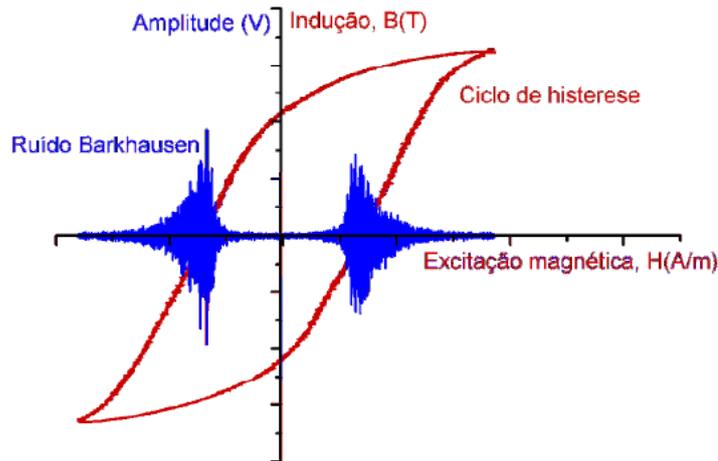
Fonte: MARTINS (2008)

#### 4.6 Ruído Magnético Barkhausen

A interação entre domínios magnéticos e as barreiras estruturais presentes no material dá origem ao sinal magnético Barkhausen, que se origina principalmente do movimento irreversível das fronteiras de  $180^\circ$  através das barreias de energia quando um

material ferromagnético é submetido a um campo magnético externo variável que percorre toda a sua curva de histerese (SIPAHI, 1994; KAMEDA; RANJAN, 1987). Este é percebido na região de maior inclinação da curva de magnetização, quando a densidade de fluxo no material é zero (Figura 10).

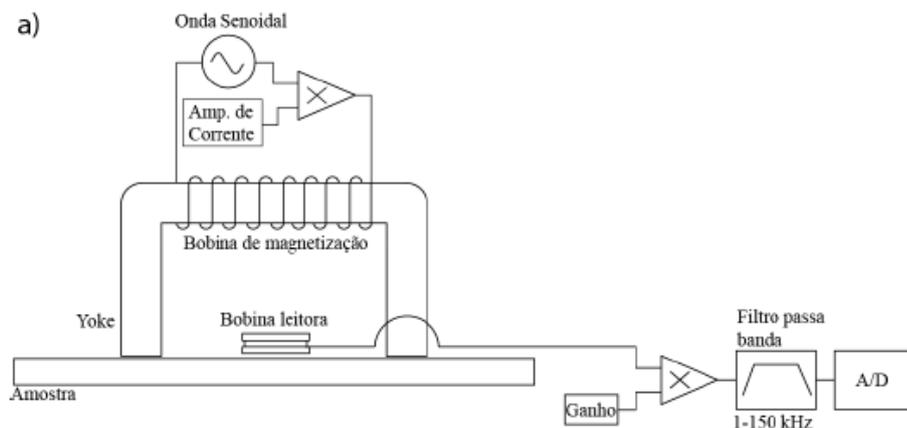
Figura 10 - Curva de histerese associada ao Ruído Barkhausen em um aço SAE – 4140



Fonte: GRIJALBA (2010)

A Figura 11 ilustra a disposição experimental clássica para a medição do Ruído Magnético Barkhausen (RMB), composta por um eletroímã para excitação magnética (normalmente chamado yoke) e por uma bobina leitora que detecta o sinal. A bobina é colocada perto da amostra durante o movimento das paredes do domínio, e então a mudança gerada na magnetização induz pulsos elétricos na bobina. Depois este sinal pode ser processado e analisado.

Figura 11 - Equipamento usado no ensaio RMB

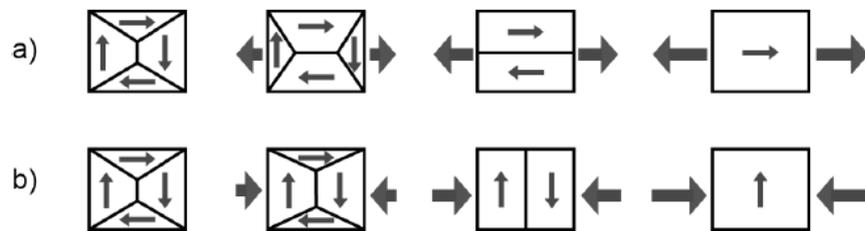


Fonte: MORGAN (2013)

#### 4.6.1 Fatores que afetam o sinal do RMB

Quando uma amostra de material ferromagnético é submetida a tensões mecânicas, as configurações dos domínios rearranjam-se para uma configuração mais favorável. As tensões de tração alinham os domínios magnéticos no sentido da tensão, e favorecem o aumento dos sinais do RMB; enquanto que as tensões de compressão alinham os domínios magnéticos na direção perpendicular a tensão aplicada, gerando níveis de RMB menores. Este processo, ilustrado na Figura 12, é conhecido como efeito magnetoelástico (FARIAS, 2005).

Figura 12 - Alinhamento dos domínios magnéticos devido a (a) tração e (b) compressão



Fonte: MORGAN (2013)

Estudos mostram que as amplitudes do RMB crescem conforme a deformação plástica aumenta, atingindo um valor máximo em certo nível de deformação. Porém, aumentando ainda mais a deformação a partir deste ponto, as amplitudes de RMB começam a diminuir e saturam. Este efeito pode ser explicado pelo fato de que, quando a deformação plástica aplicada é alta o suficiente, as discordâncias se arranjam em “emaranhados”, criando pontos de ancoragem muito fortes que as paredes de domínio não conseguem mais vencer, fazendo com que o RMB diminua (GRIJALBA, 2010).

As medições do RMB também podem ser relacionadas à dureza mecânica do material. À medida que o teor de carbono cresce, a dureza do material aumenta. A quantidade de perlita também se eleva, acrescentando assim a densidade de pontos de ancoragem. Desta forma, o deslocamento das paredes de domínios produz saltos de RMB de menor amplitude (MORGAN, 2013). Medidas magnéticas também podem ser usadas para estudar as mudanças microestruturais provocadas por tratamentos térmicos, por exemplo. O RMB facilmente diferencia fases como ferrita e martensita. Estudos mostram que, com a diminuição da martensita, o RMB aumenta devido a maior facilidade de deslocamento das paredes de domínio (DAVUT; GUR, 2007).

Quando um campo magnético alternante é aplicado em um material condutor, um fluxo circular de elétrons é gerado ao redor das linhas de campo entrantes, denominado como correntes parasitas (MORGAN, 2013). Os sinais do RMB, por serem de natureza eletromagnética e em dependência das frequências em que são gerados, são atenuados em maior ou menor grau pelas correntes parasitas ao passar pelo material. Portanto, as faixas de alta frequência são atribuídas a seções do material perto da superfície, enquanto as de baixa proveem tanto de pequenas como de maiores profundidades. Desta maneira, os campos gerados decaem exponencialmente de uma fração de  $1/e$  (onde  $e$  é o número de Euler) até a superfície, na qual a profundidade é obtida pela seguinte expressão (GRIJALBA, 2010):

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi * f * \mu_0 * \mu_r}} \quad (2)$$

Onde:

$\delta$  : Profundidade eletromagnética (m);

$f$  : frequência do sinal;

$\rho$  : Resistividade do material;

$\mu_0$  : permeabilidade magnética do vácuo;

$\mu_r$  : permeabilidade relativa do material.

#### 4.6.2 Análise do sinal RMB

Serão apresentados a seguir alguns métodos de processamento dos sinais que possibilitam calcular alguns parâmetros utilizados para analisar o RMB.

##### 4.6.2.1 RMS

A raiz quadrática média, conhecida como RMS (Root Mean Square), é um parâmetro estatístico usado para caracterizar a potência de um sinal ao longo do tempo. Este parâmetro é útil para quantificar o RMB em volts, e é dado pela seguinte expressão:

$$RMS_{RMB} = \sqrt{\frac{\sum_i^n (V_i - V_m)^2}{n - 1}} \quad (3)$$

Onde:

$V_i$ : voltagem medida em um determinado instante;

$V_m$ : valor médio do sinal. O sinal de RMB é centrado em amplitude, portanto tem média nula;

$n$ : número de observações ou pontos do sinal.

O valor do RMS é equivalente ao desvio padrão, representando uma medida do tamanho médio das flutuações ao redor da média (MORGAN, 2013).

#### 4.6.2.2 Energia do RMB

A energia liberada pelo sinal de Barkhausen (definida pela Equação 4) é outro parâmetro comum usado para caracterizar o sinal. Na fórmula, a área entre o eixo do tempo e o quadrado do sinal de voltagem é calculada para cada evento e somado sobre todos os eventos medidos (GRIJALBA, 2010).

$$RMB_{energy} = \sum_{i=1}^n V_i^2 \Delta t \quad (4)$$

Onde:

$V_i$ : voltagem medida em um determinado instante;

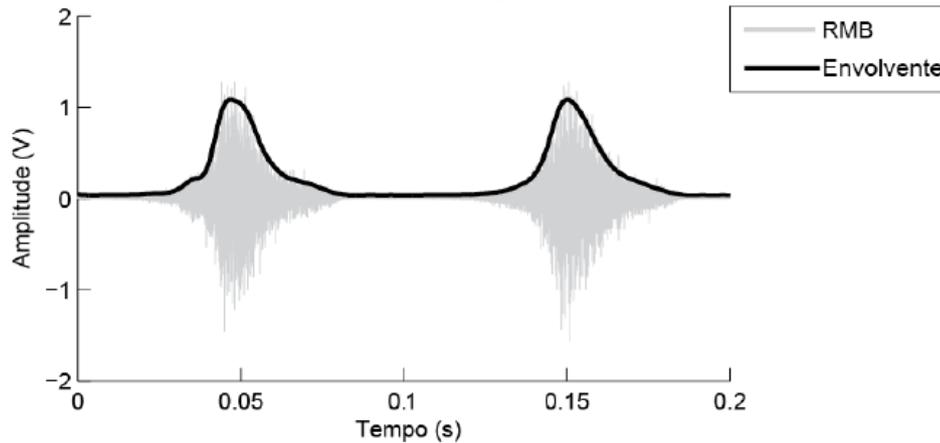
$\Delta t$ : intervalo de tempo entre os pontos do sinal, ou o inverso da frequência de amostragem;

$n$ : número de observações ou pontos do sinal.

#### 4.6.2.3 Envelope do sinal

A envolvente (ou envelope) é a curva que modula a amplitude do sinal em função do tempo ou da corrente. Esta é obtida mediante a união sequencial de todos os pontos entre picos consecutivos na parte positiva do sinal (Figura 13). Realiza-se o cálculo do quadrado do RMB para deixar todas as informações na parte positiva do gráfico (MORGAN, 2013). Após calcular o envelope, é necessário utilizar um filtro passa-baixa para eliminar as frequências altas do envelope e, assim, obter um envelope mais liso (GRIJALBA, 2010).

Figura 13 - Exemplo de um envelope gerado a partir do sinal RMB



Fonte: MORGAN (2013)

A partir deste gráfico são calculados dois principais parâmetros: a amplitude do pico, referente ao valor máximo do envelope; e a posição do pico, que está relacionada à corrente ou ao tempo referente à localização do valor máximo do envelope, ou ao campo aplicado (GRIJALBA, 2010).

#### 4.7 Resistividade Elétrica

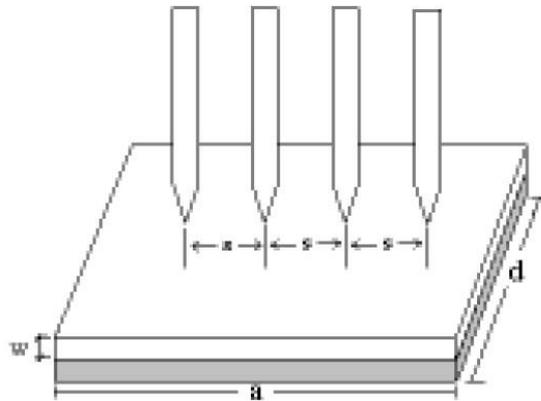
Um dos parâmetros físicos de grande importância, utilizado na caracterização elétrica de materiais é a resistividade elétrica, que é uma característica ou propriedade física intrínseca de cada material ou elemento específico. Esta grandeza está relacionada a um impedimento sofrido pelos portadores de carga sujeitos a ação de um campo elétrico, indicando se o material é condutor, semicondutor ou isolante elétrico. Portanto, a resistência elétrica de um condutor depende diretamente da resistividade do material que o constitui. O inverso da resistividade ( $\rho$ ) é a condutividade elétrica ( $\sigma$ ).

Em um condutor sujeito à ação de um campo elétrico ( $\vec{E}$ ) excitado por corrente contínua ou direta (DC), os portadores de carga fluem na direção deste campo. Portanto, pode-se definir a densidade de corrente elétrica como  $J = i/A$ , onde  $A$  é a área da seção transversal do condutor e  $i$  é a corrente elétrica (GIROTTO; SANTOS, 2002). Assim, a densidade de corrente elétrica no material se relaciona com o campo elétrico aplicado por meio da resistividade elétrica, conforme a Equação 5:

$$\vec{E} = \rho \vec{J} \quad (5)$$

Existem diferentes métodos usados para a determinação da resistividade elétrica DC. Neste trabalho utilizou-se o método de quatro terminais, no qual a sonda possui quatro pontas a uma mesma distância  $s$  umas das outras e dispostas em linha. As amostras são retangulares de comprimento finito  $a$ , largura finita  $d$  e espessura  $w$ , conforme a Figura 14.

Figura 14 - Arranjo para medidas de resistividade pelo método de 4 pontas em amostra de dimensões finitas depositada sobre substrato condutor



Fonte: GIROTTTO e SANTOS (2002)

As duas pontas internas monitoram a tensão, enquanto as das extremidades medem a corrente. É necessário a utilização de fatores de correção que estão relacionados ao formato e arranjo das amostras. Girotto e Santos (2002) apresentam as equações adequadas para o cálculo da resistividade (Equação 6) e fatores de correção (Equações 7 e 8), onde  $V$  é a tensão elétrica. A unidade da resistividade é  $ohm.m$  ( $\Omega m$ ).

$$\rho = \frac{V}{i} 2\pi s F_1 F_3 \quad (6)$$

$$F_1 = 1 + 4 \frac{s}{w} \left[ \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \left( \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{s}{w}\right)^2 + (2n)^2}} - \frac{1}{\sqrt{\left(2\frac{s}{w}\right)^2 + (2n)^2}} \right) \right] \quad (7)$$

$$F_3 = \frac{\pi}{\left\{ \left( \pi \frac{s}{d} \right) + \ln \left( 1 - e^{-\frac{4\pi s}{d}} \right) - \ln \left( 1 - e^{-\frac{2\pi s}{d}} \right) + \left[ e^{-2\pi \left( \frac{a-2}{s} \right) \frac{s}{d}} \left( \frac{\left( 1 - e^{-\frac{6\pi s}{d}} \right) \left( 1 - e^{-\frac{2\pi s}{d}} \right)}{\left( 1 + e^{-\frac{2\pi a}{d}} \right)} \right) \right] \right\}} \quad (8)$$

#### 4.8 Indutância

Indutância ( $L$ ) é a medida da capacidade de um indutor armazenar energia quando submetido a um campo magnético gerado por correntes elétricas fluindo dentro de um circuito elétrico. Como resultado, os indutores geram uma tensão oposta proporcional à taxa de variação da corrente em um circuito. Normalmente são usadas bobinas de fio, e quanto mais voltas, maior o efeito da indutância, que pode ser definida pela Equação 9 a seguir:

$$L = \frac{N\Phi}{i} \quad (9)$$

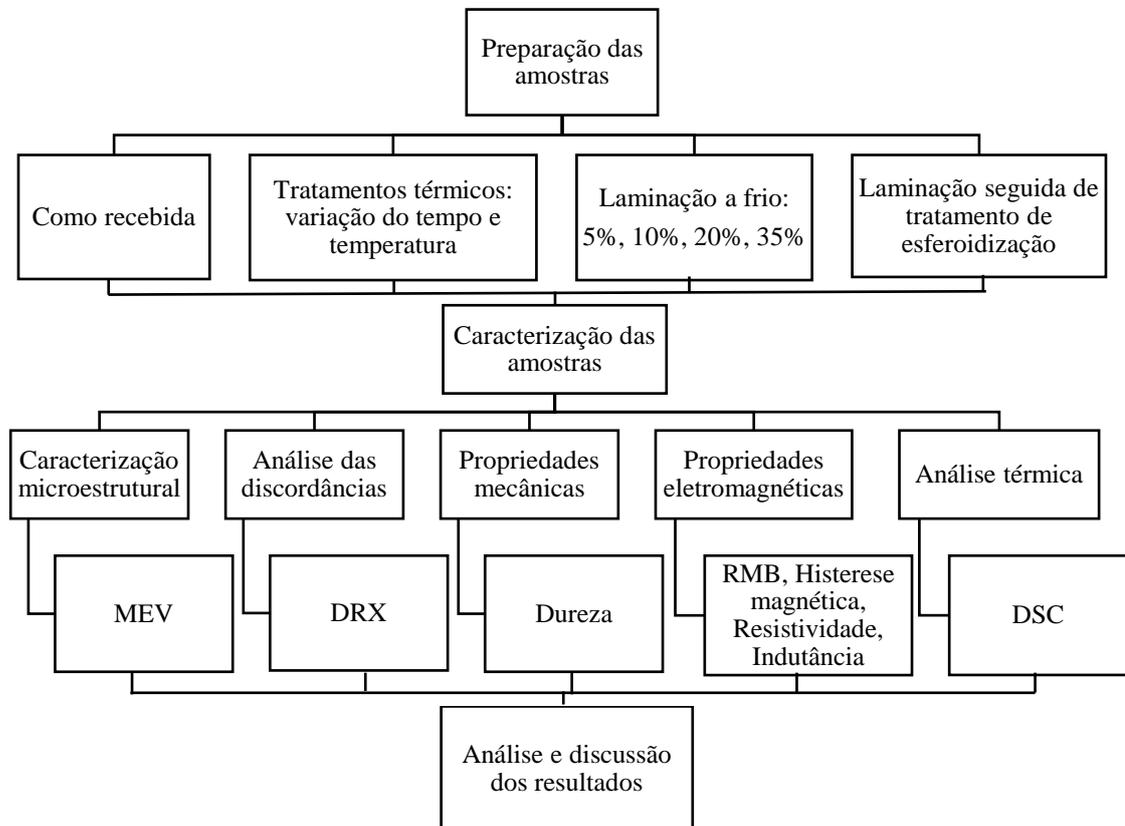
onde  $\Phi$  é o fluxo magnético,  $N$  é o número de voltas do enrolamento e  $i$  é a intensidade da corrente elétrica (BUENO; ASSIS, 2015).

## 5 MATERIAIS E MÉTODOS

### 5.1 Metodologia

A Figura 15 apresenta um resumo esquemático dos métodos experimentais realizados neste trabalho. A metodologia aborda etapas de tratamentos térmicos, deformação plástica, análise de densidade de discordâncias, caracterização microestrutural e de propriedades magnéticas.

Figura 15 - Fluxograma do procedimento experimental e das técnicas realizadas neste trabalho



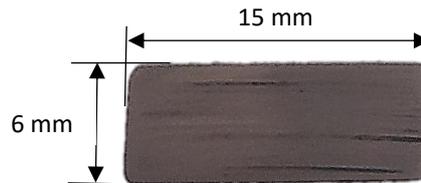
Fonte: Autor (2022)

### 5.2 Materiais

O material analisado foi um arame de aço médio/alto carbono, inicialmente laminado e trefilado, utilizado para a fabricação da armadura de tração de *risers* flexíveis. O arame foi disponibilizado na condição como recebido, não torcido e com as duas faces paralelas. O perfil do arame era achatado com os vértices das faces laterais levemente arredondados. Suas

dimensões nominais são 6 mm de altura por 15 mm de largura (Figura 16). A Tabela 1 apresenta a composição química do aço, em porcentagem de massa, obtida por meio de um Espectrômetro de Emissão Ótica modelo PDA 7000 (Shimadzu®) presente no Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) da Universidade Federal do Ceará (UFC).

Figura 16 - Seção transversal do arame analisado



Fonte: Autor (2022)

Tabela 1 - Composição química do aço (% de massa)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Nb	Ti	Fe
0,52	0,19	0,59	0,007	0,010	0,030	0,035	0,005	0,005	0,001	0,003	Bal.

Fonte: Autor (2022)

### 5.3 Corte e preparação das amostras

O arame foi cortado no plano transversal, com o auxílio de uma máquina de corte refrigerado a disco (*Cut-Off*), em 12 amostras com aproximadamente 55 mm de comprimento cada, conforme mostrado na Figura 17. Após o corte, as amostras foram submetidas a tratamentos térmicos e laminação a frio, com o intuito de observar o comportamento eletromagnético, a dureza e as transformações microestruturais.

Figura 17 - Corpos de prova após o corte



Fonte: Autor (2022)

## 5.4 Tratamentos Térmicos

Inicialmente, a camada de óxido das amostras foi retirada com lixas de até 600 mesh para medições das propriedades magnéticas na superfície do aço como recebido. Após isso, foram realizados ciclos de tratamentos térmicos isotérmicos em forno de atmosfera inerte de argônio. Este tipo de forno foi utilizado com o intuito de evitar a introdução de tensões residuais na superfície das amostras durante o processo de lixamento, que seria necessário para retirada da camada de óxido que se forma na superfície do aço quando submetido a altas temperaturas em fornos sem atmosfera protetora. O início da contagem do tempo de tratamento térmico se deu após a estabilização da temperatura, sendo aferida com termopar vareta tipo K, apresentando diferença de leitura de 5 °C. Todas as amostras foram resfriadas ao ar.

Foram escolhidas três temperaturas para realização dos tratamentos: 600, 700 e 800 °C, analisando a sua influência na capacidade de alteração da morfologia da cementita na microestrutura e também nos processos de recuperação e recristalização dos grãos. No total, foram realizados nove tratamentos térmicos, cada um com tempos pré-definidos de tratamento, os quais estão resumidos na Tabela 2 a seguir:

Tabela 2 - Esquema dos tratamentos térmicos realizados

Tratamento térmico	Nomenclatura	Temperatura (°C)	Tempo (min)
Esferoidização	E	600	30
			60
			90
Esferoidização	E	700	30
			60
			90
			120
Laminação (35%) + Esferoidização	LE	700	60
Normalização	N	800	60

Fonte: Autor (2022)

Em destaque na tabela anterior pode-se observar que, para cada uma das condições, foi realizado um tratamento térmico pelo período de 60 min, possibilitando analisar a influência da variação da temperatura e das condições iniciais das amostras, como recebidas ou laminadas.

## 5.5 Laminação a Frio

O processo de laminação a frio foi realizado utilizando-se um laminador elétrico duo LE 180 da marca COELHO. O arame como recebido, sem tratamento térmico prévio, foi submetido a quatro níveis diferentes de redução da espessura da seção transversal ( $h_0$ ): 5%, 10%, 20% e 35%. A Tabela 3 a seguir apresenta o número de passes de laminação, a deformação verdadeira ( $\varepsilon_v$ ), dada pela Equação 10, assim como a nomenclatura e as respectivas reduções de cada amostra.

$$\varepsilon_v = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) \quad (10)$$

Onde  $l_0$  é o comprimento inicial de cada amostra, e  $l$  o comprimento final após a laminação.

Tabela 3 - Informações do processo de Laminação a frio das amostras

Nomenclatura	Nº passes	$h_0$ (mm)	$h_f$ (mm)	% redução	$\varepsilon_v$
L5%	9	6,00	5,70	5,00	0,041
L10%	14	6,01	5,38	10,48	0,090
L20%	26	6,01	4,85	19,31	0,112
L35%	36	6,03	3,89	35,49	0,142

Fonte: Autor (2022)

## 5.6 Propriedades mecânicas

### 5.6.1 Ensaio de dureza

Os ensaios de dureza Rockwell foram realizados nas escalas B (HRB) e C (HRC), de acordo com a norma ABNT ISO 6508-1:2019, nas amostras como recebida, tratadas termicamente e laminadas a frio, com o objetivo de verificar a influência desses processos na dureza do aço. Para isso, foi utilizado o durômetro digital da marca Wolpert Wilson Instruments, modelo Rockwell 2000.

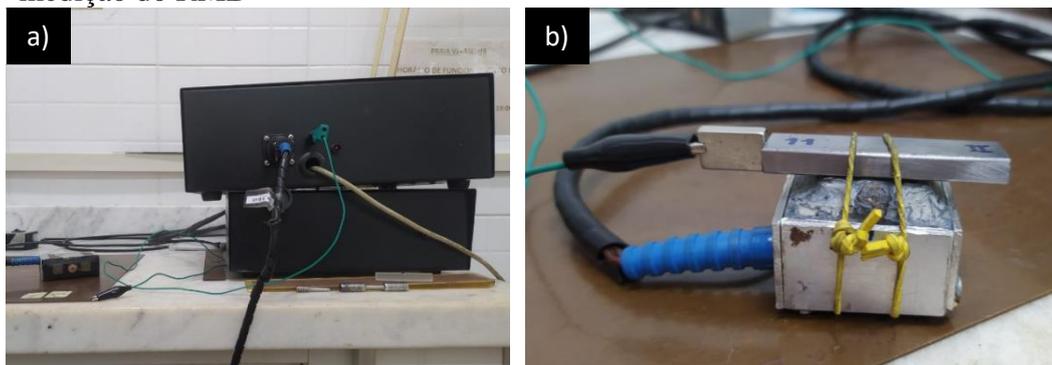
As amostras para o ensaio de dureza foram lixadas em lixas de granulometria de 600 mesh em ambas as faces da superfície dos corpos de prova para retirada de uma eventual camada de óxido. Foram feitas oito medições por amostra, quatro em cada uma das faces, sendo descartadas as duas medidas extremas com maior dispersão, e calculada a média e o desvio padrão das seis medidas restantes.

## 5.7 Caracterização Eletromagnética

### 5.7.1 Ruído Magnético Barkhausen (RMB)

Os sinais do Ruído Magnético Barkhausen (RMB) foram obtidos por meio de um equipamento experimental desenvolvido no Laboratório de Dinâmica e Instrumentação da Poli/USP, tendo acoplada a ele uma sonda desenvolvida no Laboratório de Ensaio Não Destrutivos (LEND) da Universidade Federal Fluminense (UFF). A sonda é responsável pela aplicação do campo magnético de excitação e pela detecção do ruído característico, sendo constituída por um sensor de indução e duas bobinas de excitação, as quais possuem 70 espiras de fios de cobre 22 AWG (American Wire Gauge) com diâmetro nominal de 0,6438 mm, montadas a um yoke de ferro-silício. Quando o material é excitado, a bobina sensora detecta as variações que ocorrem no fluxo magnético, a partir das voltagens induzidas devido à movimentação descontínua das fronteiras dos domínios. Estes sinais detectados são filtrados e amplificados, utilizando ganhos de até 100 dB (FARIAS, 2005). O equipamento e o arranjo da amostra junto à sonda podem ser observados na Figura 18. A sonda foi posicionada na direção de laminação da amostra.

Figura 18 - (a) Equipamento e (b) arranjo da amostra sobre a sonda usados para medição do RMB

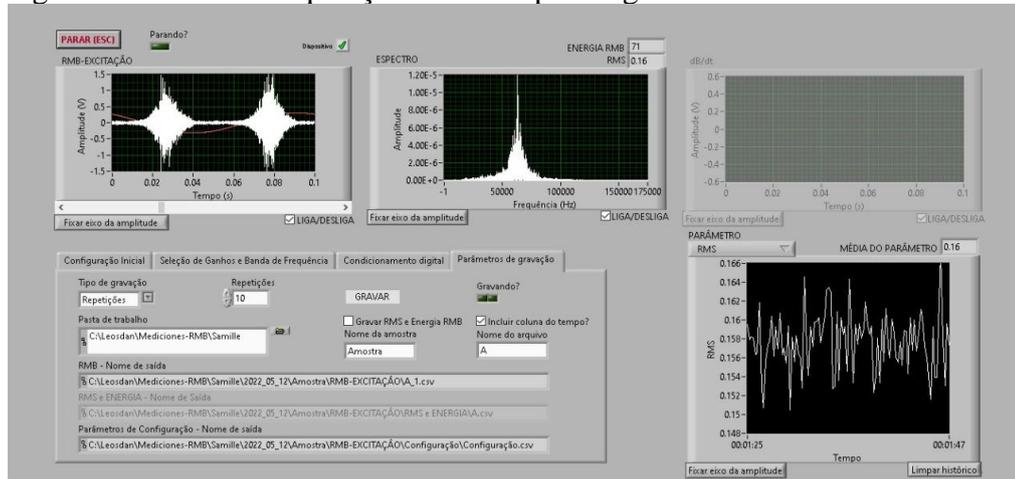


Fonte: Autor (2022)

O equipamento era acoplado a um computador para controle das variáveis de teste e aquisição de dados. Para isso, utilizou-se o software Barktech, que apresenta uma janela que permite ajustar os parâmetros e observar as características do sinal RMB (Figura 19). Para fazer as medições, foi utilizada uma frequência de amostragem de 350 kHz, amplitude de excitação de 2 V e frequências de excitação de 10 e 50 Hz. A utilização de altas frequências de análise favorece a avaliação dos sinais provenientes de regiões próximas à superfície e a utilização de

baixas frequências de análise favorece a avaliação de sinais provenientes de regiões mais profundas. O sinal foi medido em ambas as faces superficiais da amostra, sendo feitas 20 repetições para cada medida.

Figura 19 - Janela de aquisição de dados para registro do sinal de RMB



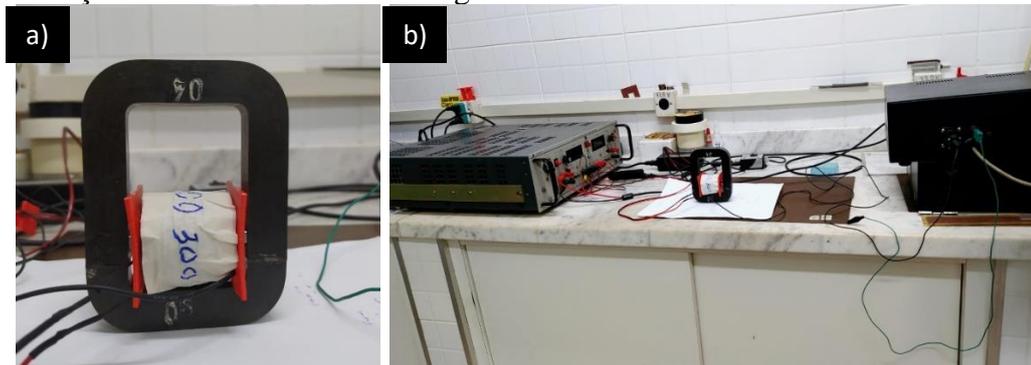
Fonte: Autor (2022)

### 5.7.2 Histerese magnética

Para obter as curvas de Histerese magnética, foi necessário construir uma bobina para a criação de um campo magnético externo às amostras, até atingir a saturação magnética. A estrutura interna da bobina foi feita em impressora 3D, com tamanho adequado às dimensões das amostras: 6 x 15 x 55 mm. A bobina teve dois níveis de enrolamentos de fios de cobre, tendo o fio interno um diâmetro de 0,0503 mm (44 AWG), com 300 espiras, e o externo um diâmetro de 0,8119 mm (20 AWG), com 800 espiras. A peça é posicionada no interior da bobina, os quais são encaixados internamente a um quadro metálico que tem a função de fechar o circuito magnético, minimizando o campo desmagnetizante. O arranjo é conectado ao mesmo aparelho de medição do RMB, a uma fonte de alimentação e a um amplificador operacional de alta potência da marca Kepco BOP. Na Figura 20 pode-se observar o esquema de montagem descrito anteriormente.

A aquisição dos dados foi feita com o mesmo software usado para o RMB. Na realização das medições, utilizou-se uma frequência de amostragem de 400 kHz, amplitude de excitação de 5 V e frequência de excitação de 1 Hz.

Figura 20 - (a) Conjunto peça-bobina-quadro, (b) configuração de montagem para medição da curva de Histerese magnética

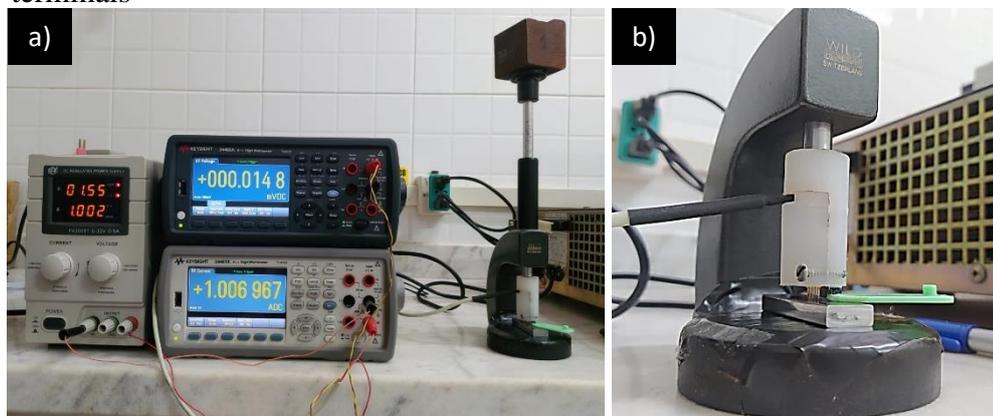


Fonte: Autor (2022)

### 5.7.3 Resistividade elétrica

Para medir a Resistividade Elétrica do material, foram utilizados dois multímetros da marca KEYSIGHT, com precisão de seis casas decimais. A sonda usada possuía quatro terminais (Figura 21 (b)), onde as duas agulhas internas eram conectadas ao multímetro superior, responsável por medir a queda de potencial. O multímetro inferior estava conectado às duas agulhas das extremidades, sendo responsável por medir a corrente fornecida. As amostras foram excitadas por meio de uma corrente direta (DC) através de uma fonte de alimentação DC da marca AFR com precisão de quatro casas decimais. O esquema de montagem dos equipamentos pode ser observado na Figura 21 (a).

Figura 21 - (a) Esquema de montagem dos equipamentos para medição da Resistividade elétrica DC, (b) amostra posicionada sob a sonda de quatro terminais



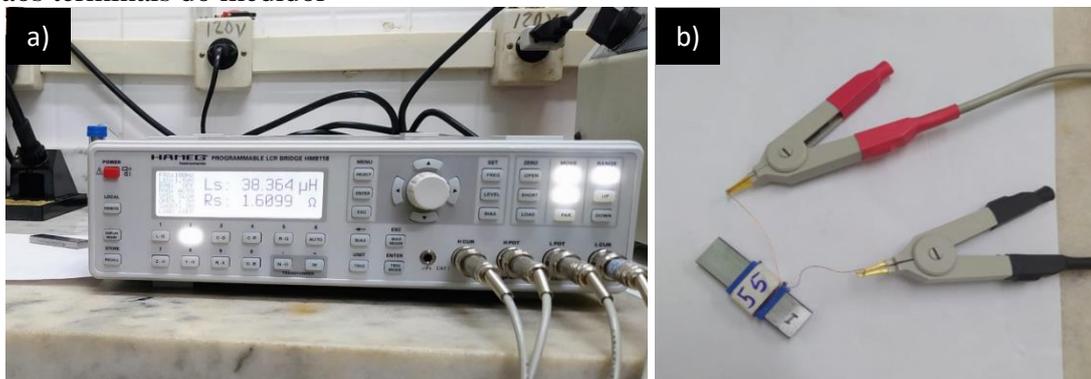
Fonte: Autor (2022)

As dimensões de todas as amostras foram medidas com um paquímetro digital da marca Starrett, com precisão de três casas decimais, necessários para o cálculo dos fatores de correção das Equações 7 e 8.

#### 5.7.4 Indutância

As medidas de Indutância foram feitas por meio de um medidor LCR da marca HAMEG, com precisão de 0,05. A frequência de excitação utilizada foi de 100 Hz e a tensão foi de 1,5 V. Foi construída uma bobina com 55 espiras e dimensões da seção transversal equivalentes às amostras como recebidas. Para isso, utilizou-se um fio de cobre 38 AWG com diâmetro de 0,1007 mm, enrolado em uma peça construída por impressão 3D para suporte das amostras. O corpo de prova foi posicionado no interior da bobina, a qual foi ligada a dois terminais conectados ao medidor. A bobina foi colocada no centro das amostras para ter uma menor influência do campo desmagnetizante. A Figura 22 apresenta a conexão dos equipamentos ao corpo de prova para medição da indutância.

Figura 22 - (a) Medidor LCR marca HAMEG, (b) conexão do conjunto peça-bobina aos terminais do medidor



Fonte: Autor (2022)

## 5.8 Caracterização Microestrutural

### 5.8.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras foram preparadas de acordo com o método padrão de preparação metalográfica, onde foram embutidas em baquelite e lixadas em lixas de 220, 320, 400, 600 e 1200 mesh. Em seguida, foram polidas em pano de algodão, usando pasta de diamante com granulometria de 6, 3 e 1 µm respectivamente. As peças foram submetidas a limpeza em banho

ultrassom. Para revelar a microestrutura, as amostras foram atacadas quimicamente com Nital 5% (5 ml de HNO<sub>3</sub> em 95 ml de álcool etílico) por 5 segundos.

A aquisição e análise das imagens foram feitas através de um Microscópio Eletrônico de Varredura com emissão de campo, modelo Quanta 450 FEG – FEI® pertencente à Central Analítica da Universidade Federal do Ceará (UFC).

### 5.8.2 Grau de esferoidização e quantificação das partículas de cementita

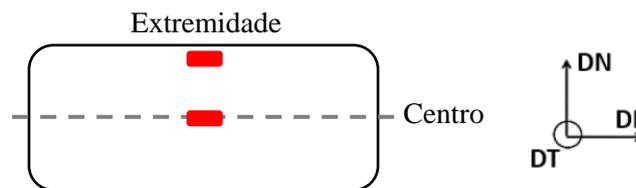
Utilizando o software *Fiji ImageJ*, foi possível obter uma imagem refinada da microestrutura a partir da aquisição das imagens feitas no MEV. Esta análise permitiu quantificar as partículas de cementita, obtendo informações como o grau de esferoidização (%), dado pela Equação 11 a seguir, tamanho médio ( $\mu\text{m}^2$ ), quantidade de partículas por área observada, espaçamento interlamelar ( $\mu\text{m}$ ), ângulo de inclinação das lamelas ( $^\circ$ ) e fator de forma, que é a razão entre a espessura e a largura das partículas.

$$GE(\%) = \frac{A_{esf}}{A_{total}} * 100 \quad (11)$$

Onde  $A_{esf}$  é a soma da área das partículas que mais se aproximam da área de um círculo e  $A_{total}$  é a área total das partículas de cementita.

Com o objetivo de investigar as transformações microestruturais não homogêneas provocadas pelos processos termomecânicos realizados no arame, a análise quantitativa das partículas foi feita nas posições do centro e extremidade da seção transversal do arame (Figura 23).

Figura 23 - Seção transversal do arame com a indicação das posições analisadas: Centro e Extremidade. Direção transversal (DT), direção normal (DN) e direção longitudinal (DL)



Fonte: Autor (2022)

### 5.8.3 Difração de Raios X

Para as análises de difração de raios-X, utilizou-se um difratômetro PHILLIPS modelo X'Pert Pro (PANalytical®) presente no Laboratório de Caracterização de Materiais (LACAM) da UFC, o qual possuía uma fonte de radiação Co K $\alpha$  com comprimento de onda  $\lambda = 1,7890 \text{ \AA}$  com monocromador. As superfícies das amostras, com dimensões de 15 x 20 mm, foram preparadas através de lixamento com granulometria de até 600 mesh.

O difratômetro operou com tensão de 40 kV e corrente de 45 mA. O intervalo de varredura angular foi de 45 a 105°, *step size* de 0,02° e tempo entre cada passo de 1,5 segundos. A aquisição dos dados foi feita pelo software X'Pert Data Collector® fornecido pelo próprio equipamento.

A partir dos padrões de difração obtidos, foi feito o refino dos picos baseado no método de Rietveld (1969), que consiste em um ajuste do padrão de difração teórico, calculado a partir de informações cristalográficas obtidas, com o padrão de difração medido experimentalmente, de tal forma que os picos calculados se apresentem muito próximos dos perfis medidos. Para isso, utilizou-se o software GSAS-II, aplicando a função background com a função de perfil, ajustando as intensidades. O ajuste dos parâmetros faz uso do método matemático dos mínimos quadrados, a partir da minimização do resíduo  $S_y$ , conforme a Equação 12 (SOUSA, 2014):

$$S_y = \sum_{i=1}^n w_i (I_{(obs)i} - I_{(calc)i})^2 \quad (12)$$

Onde  $w_i$  é o peso atribuído para cada ponto, e  $I_{(obs)i}$  e  $I_{(calc)i}$  são as  $i$ -ésimas intensidades observadas e calculadas respectivamente.

Após o refino, foi possível estimar a densidade de discordâncias e microdeformações na rede cristalina, responsáveis por provocar alterações no perfil de linha. Estes parâmetros foram calculados usando as relações de Debye – Scherrer (MURAMBA, 2015) e Stoke – Wilson (PARVEEN, 2017). A densidade de discordâncias ( $\delta$ ) foi estimada pela Equação 13:

$$\delta = \frac{1}{D^2} \quad (13)$$

onde  $D$  é o tamanho de grão associado à relação entre o tamanho do cristalino e o alargamento do pico usando a relação de Debye – Scherrer, dado pela Equação 14:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (14)$$

em que  $k$  é o fator de forma associado ao material, para aços utiliza-se 0,92,  $\lambda$  é o comprimento de onda do raio,  $\beta$  é a largura a meia altura do pico (FWHM) e  $\theta$  é o ângulo de difração de raios X dado em graus. A microdeformação ( $\varepsilon$ ) foi calculada por meio da fórmula de Stoke – Wilson apresentada na Equação 15 a seguir:

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan\theta} \quad (15)$$

### 5.9 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

As análises de calorimetria exploratória diferencial (DSC) foram realizadas no Laboratório de Materiais Avançados da UFC, utilizando um equipamento TG-DSC STA 449 F3 Jupiter do fabricante NETZSCH. Foram preparadas amostras circulares com diâmetro de aproximadamente 2,5 mm, as quais foram inseridas em cadinho de alumina. Utilizou-se atmosfera inerte de Argônio para evitar a oxidação. As amostras foram aquecidas de 20 a 800°C, com taxa de aquecimento de 10°C/min.

A técnica DSC foi utilizada para identificar as faixas de temperatura das reações de transformação de fases e processos de recuperação e recristalização que eventualmente podem ocorrer no aquecimento das amostras.

## 6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 6.1 Caracterização Microestrutural

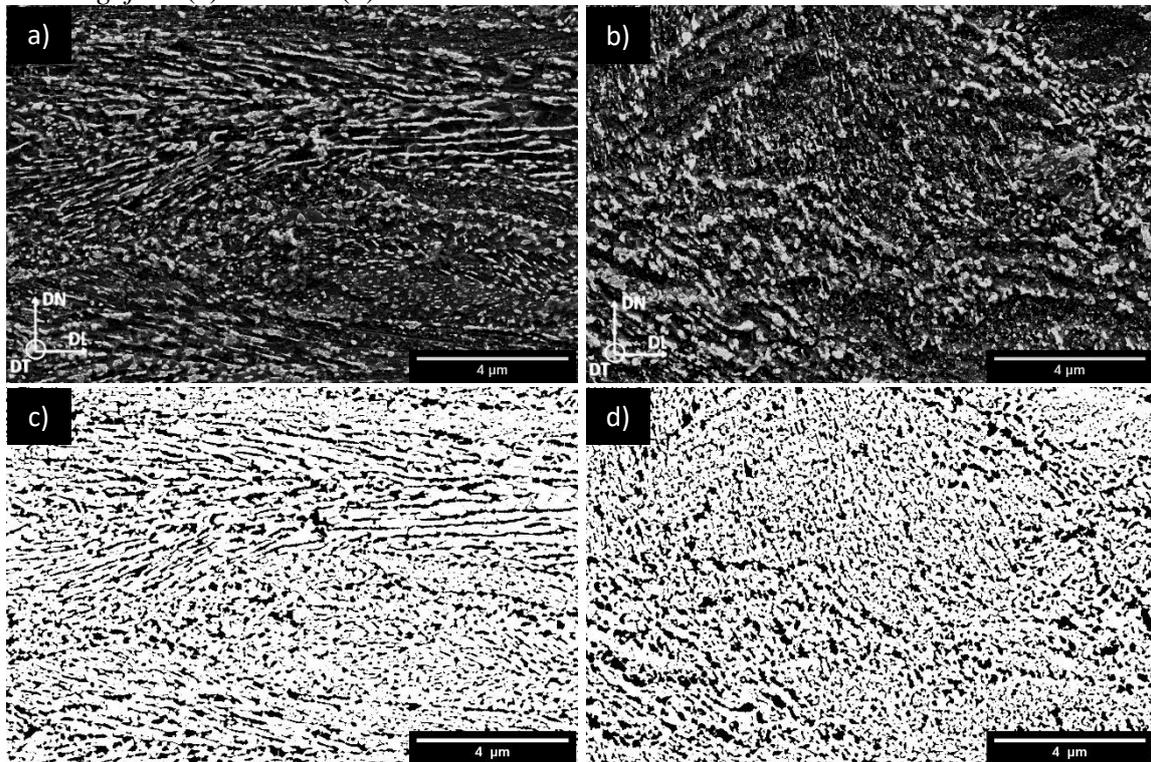
#### *6.1.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e quantificação das partículas de cementita*

A análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) permite avaliar as mudanças microestruturais provocadas pelos tratamentos térmicos e deformações plásticas realizados no metal. Por meio das imagens, pode-se fazer uma investigação qualitativa e quantitativa da morfologia dos carbonetos dispostos na matriz ferrítica. As informações quantitativas das partículas de cementita são relevantes por diversos fatores, tais como: a espessura das partículas e o espaçamento interlamelar interferem na resistência mecânica, que aumenta com a diminuição do espaçamento e aumento da espessura das partículas; o aumento do grau de esferoidização e fator de forma estão relacionados com o aumento da ductilidade, pois ocorre uma redução da energia livre por fragmentação da perlita, diminuindo assim as barreiras contra a movimentação das discordâncias; o ângulo de inclinação está relacionado com o grau de desorientação das colônias de lamelas à medida que se aumenta a deformação ao longo dos passes de redução; a fração de área da cementita em relação à ferrita está relacionada ao teor de carbono presente no aço, que também influencia na dureza do material.

Na Figura 24 (a) e (b) estão apresentadas as micrografias obtidas no MEV da microestrutura na seção transversal do arame como recebido (CR). Através do software *Fiji ImageJ*, obteve-se as imagens binárias (c) e (d) da microestrutura, o que permitiu quantificar a cementita. Como consequência do procedimento termomecânico de fabricação desses fios, pode-se observar que, próximo à superfície (b) do arame há a presença de cementita globular ou particularizada, enquanto que no meio do arame (a) há a presença de lamelas de perlita descontínuas e quebradiças, além da cementita globular.

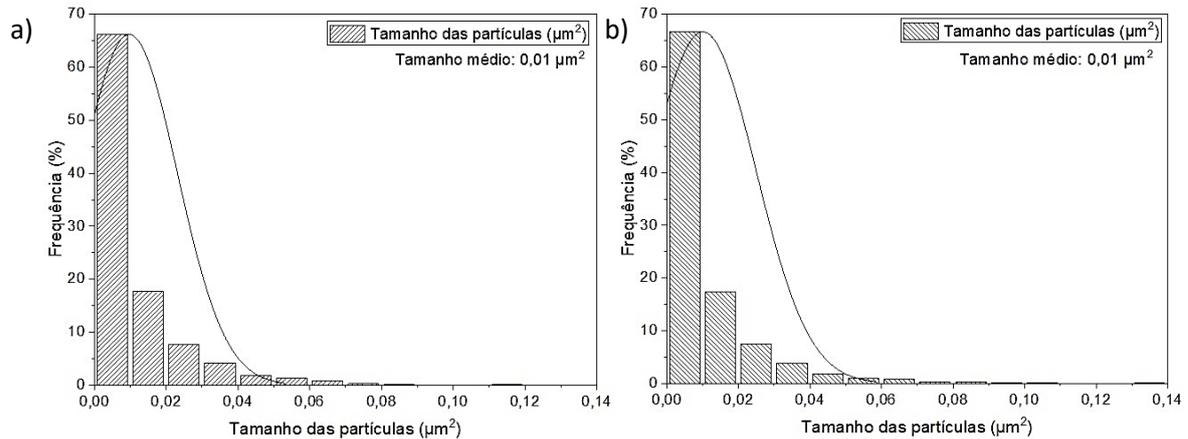
Os gráficos (a) e (b) da Figura 25 mostram a distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) do centro e extremidade, respectivamente. Percebe-se que para esta condição não houve variação do tamanho médio das partículas, apesar das diferenças morfológicas. A Tabela 4 apresenta os dados quantitativos para as duas posições analisadas.

Figura 24 - Imagens de MEV da microestrutura da seção transversal do arame como recebido (CR) no (a) centro e (b) extremidade. Imagem binária da microestrutura refinada no *Imagej* no (c) centro e (d) extremidade



Fonte: Autor (2022)

Figura 25 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) no arame como recebido (CR) nas posições do (a) centro e (b) extremidade



Fonte: Autor (2022)

Tabela 4 - Quantificação das partículas de cementita na seção transversal do fio CR

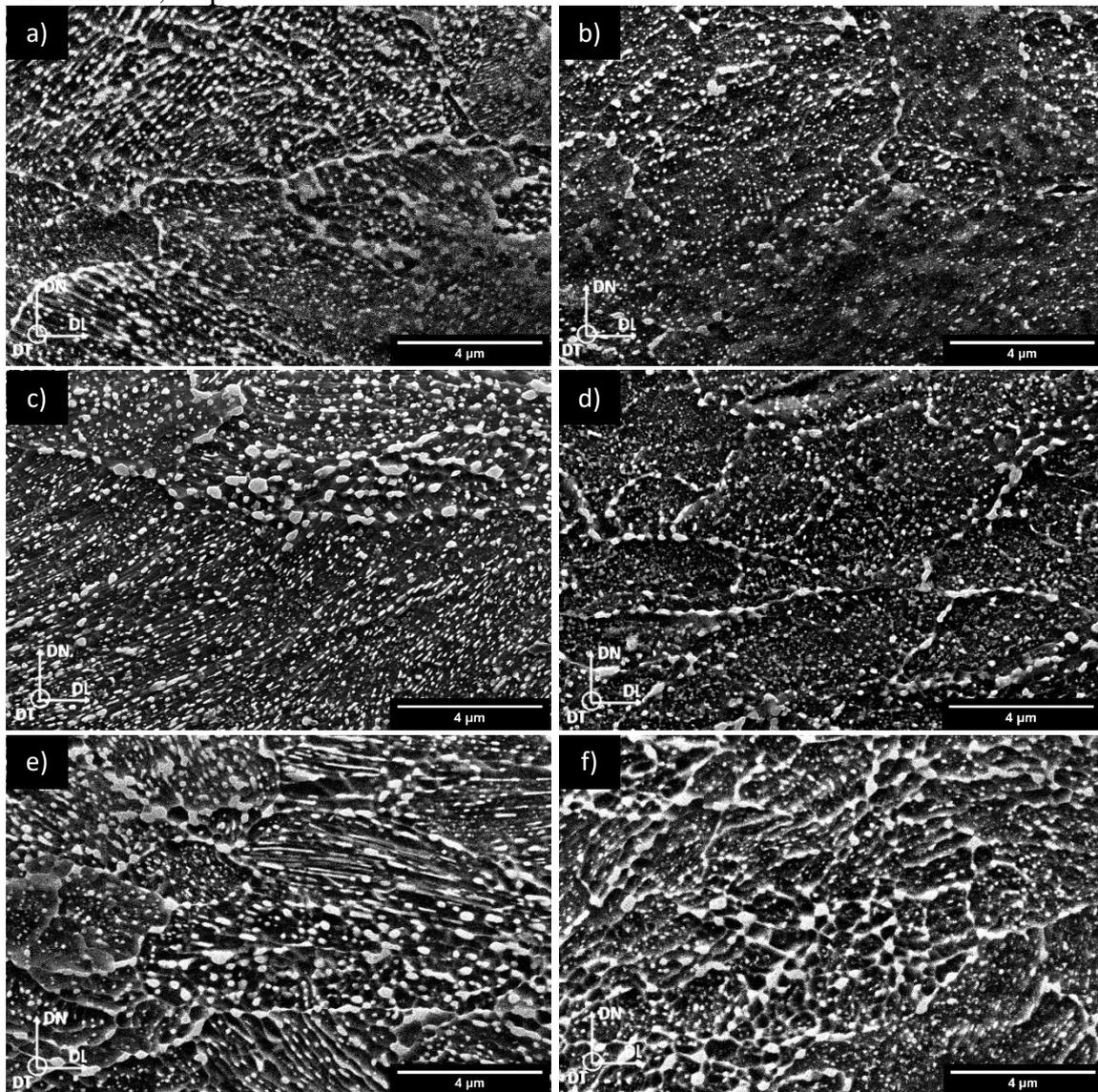
	Grau de esferoidização (%)	Fator de forma (D.menor/D.maior)	Tamanho médio ( $\mu\text{m}^2$ )	Nº de partículas	Ângulo de inclinação ( $^\circ$ )
Centro	43,00	0,54	0,01	3744	47,77
CR Extremidade	43,50	0,58	0,01	4094	46,15
Média	43,25	0,56	0,01	3919	46,96

Fonte: Autor (2022)

Pode-se observar que o valor médio da esferoidização foi de 43,25%, enquanto o fator de forma médio foi de 0,56. O fator de forma está compreendido entre 0 e 1, sendo que quanto mais próximo de 1 mais esférica será a cementita. Portanto, a análise quantitativa desse arame indicou uma não uniformidade na morfologia da cementita, estando entre a forma esférica e lamelar, com predominância do formato esférico ou particularizado.

A Figura 26 mostra a evolução microestrutural do material esferoidizado a 600 °C com intervalos de tempo de tratamento térmico de 30, 60 e 90 min, no centro e extremidade da seção transversal.

Figura 26 - Imagens de MEV da microestrutura das amostras esferoidizadas a 600 °C durante (a) e (b) 30 min, (c) e (d) 60 min, (e) e (f) 90 min, nas posições do centro e extremidade, respectivamente

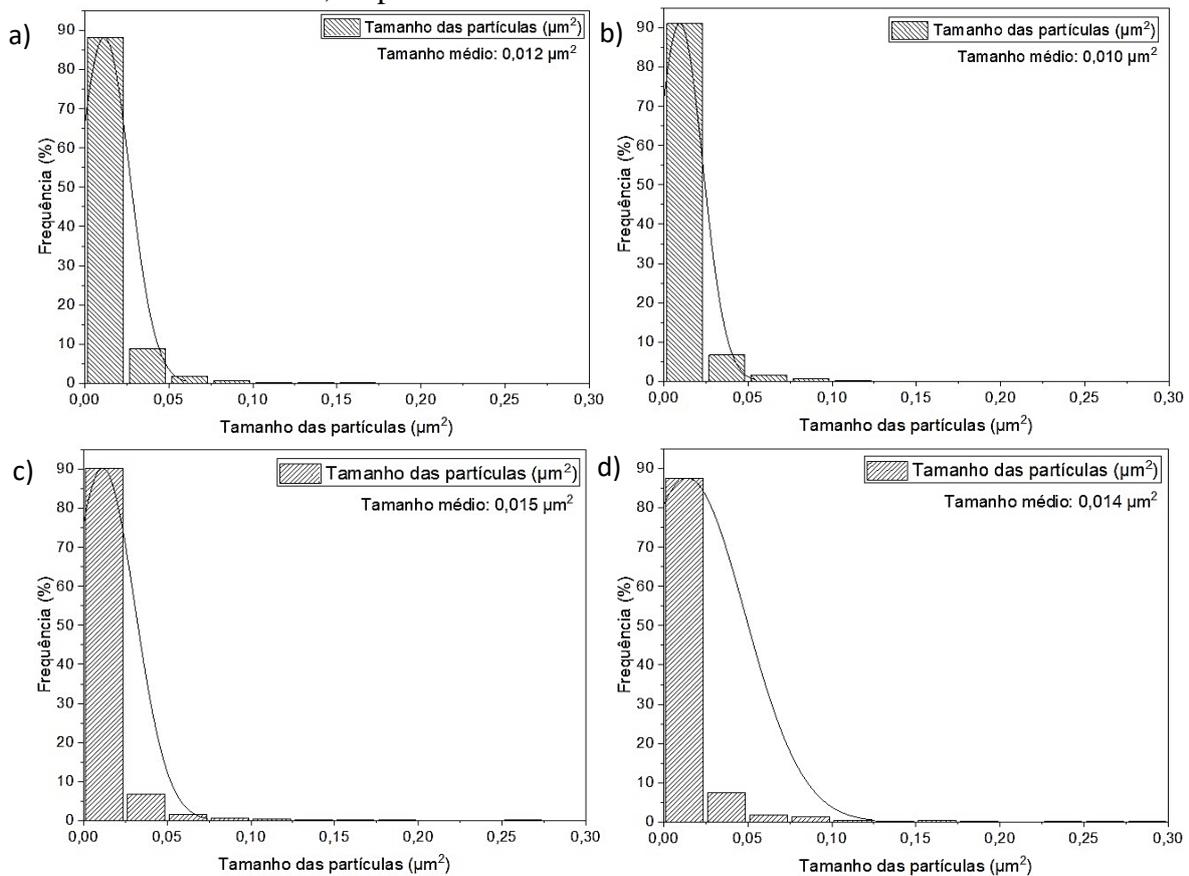


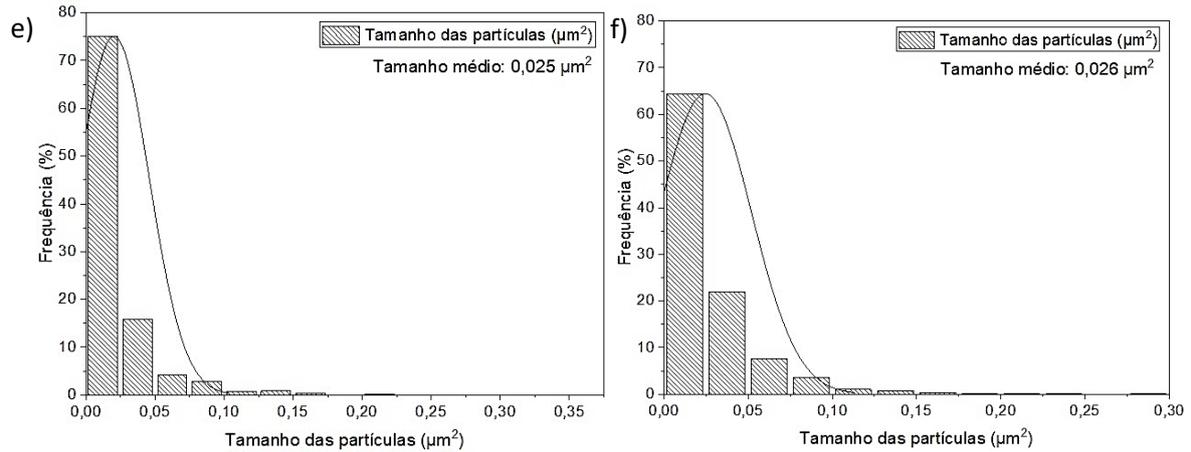
Fonte: Autor (2022)

Por meio da observação qualitativa das micrografias, verificou-se que os tratamentos produziram microestruturas formadas por carbonetos parcialmente ou totalmente esferoidizados, presentes tanto nos contornos quanto no interior dos grãos, dispostos em uma matriz ferrítica. As partículas situadas nos contornos de grão são favorecidas pela maior facilidade de difusão nestes locais em virtude da maior quantidade de defeitos e, conseqüentemente, uma maior energia disponível. Desta forma, obtém-se um maior tamanho de carbonetos nos contornos quando comparados com àqueles presentes no interior dos grãos (ROCHA; OLIVEIRA, 2000) .

Percebe-se um aumento no tamanho das partículas de cementita para maiores tempos de tratamento térmico. A Figura 27 mostra a distribuição do tamanho dessas partículas com a variação do tempo. A dispersão nos dados torna-se maior para o tratamento realizado a 90 min (e) e (f), mostrando a influência do tempo no crescimento dos carbonetos.

Figura 27 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) das amostras esferoidizadas a  $600\text{ }^\circ\text{C}$  durante (a) e (b) 30 min, (c) e (d) 60 min, (e) e (f) 90 min, nas posições do centro e extremidade, respectivamente





Fonte: Autor (2022)

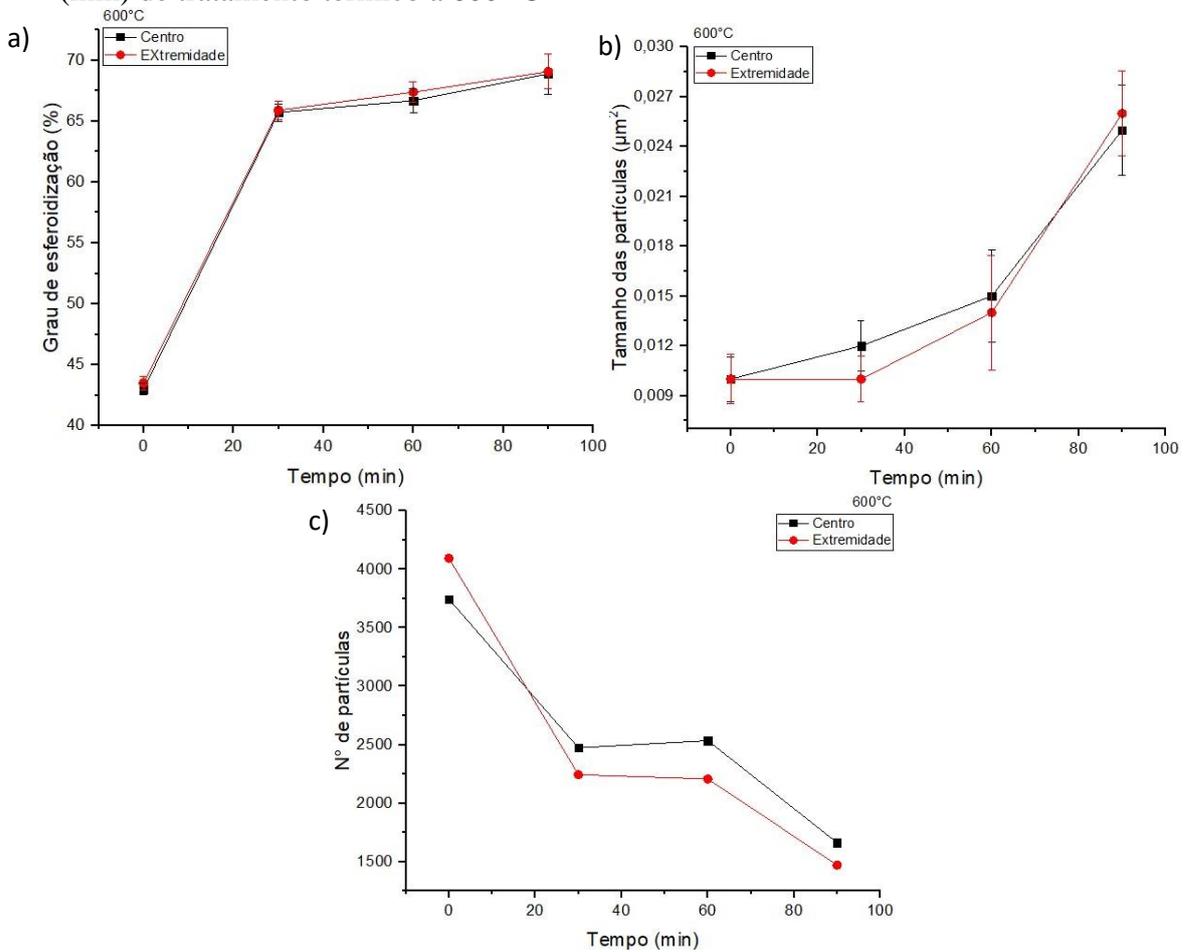
A Tabela 5 e os gráficos da Figura 28 mostram o comparativo entre os dados quantitativos do centro e extremidade, obtidos por análise feita no *ImageJ* à partir das micrografias da Figura 26.

Tabela 5 - Quantificação das partículas de cementita na seção transversal do fio tratado a 600 °C durante 30, 60 e 90 min

	Grau de esferoidização (%)	Fator de forma (D.menor/D.maior)	Nº de partículas	Tamanho médio ( $\mu\text{m}^2$ )
<b>Centro</b>	65,73	0,64	2474	0,012
<b>E600_30min</b>				
<b>Extremidade</b>	65,90	0,65	2244	0,010
<b>Média</b>	65,81	0,65	2359	0,011
<b>Centro</b>	66,70	0,61	2536	0,015
<b>E600_60min</b>				
<b>Extremidade</b>	67,40	0,68	2207	0,014
<b>Média</b>	67,05	0,65	2371	0,015
<b>Centro</b>	68,90	0,62	1662	0,025
<b>E600_90min</b>				
<b>Extremidade</b>	69,08	0,66	1471	0,026
<b>Média</b>	68,99	0,64	1566	0,026

Fonte: Autor (2022)

Figura 28 - a) Grau de esferoidização (%), b) tamanho das partículas de cementita ( $\mu\text{m}^2$ ) e c) quantidade de partículas de cementita pela área observada em função do tempo (min) de tratamento térmico a 600 °C



Fonte: Autor (2022)

O gráfico (a) da Figura 28 mostra a evolução do grau de esferoidização com o aumento do tempo de tratamento térmico no centro e extremidade das amostras. É nítido o crescimento considerável que ocorre entre a amostra sem tratamento térmico e as amostras tratadas. O grau de esferoidização varia em média de 43,25% na condição CR para 65,81% na amostra tratada durante 30 min. Porém, a evolução desse parâmetro não é tão significativa com tempos mais prolongados de tratamento, chegando a um máximo de 69,0% na amostra tratada durante 90 min. Apesar disso, o grau de esferoidização se mantém crescendo quanto maior for o tempo de duração do tratamento. O fator de forma também cresceu em média de 0,56 na amostra CR (Tabela 4) para 0,65 nas amostras esferoidizadas (Tabela 5), confirmando que a cementita presente na microestrutura está predominantemente esferoidizada. Para notar uma variação mais expressiva da fração esferoidizada, seriam necessários tempos mais prolongados de tratamento térmico. Porém, maiores durações de tratamento geram não só custos de produção

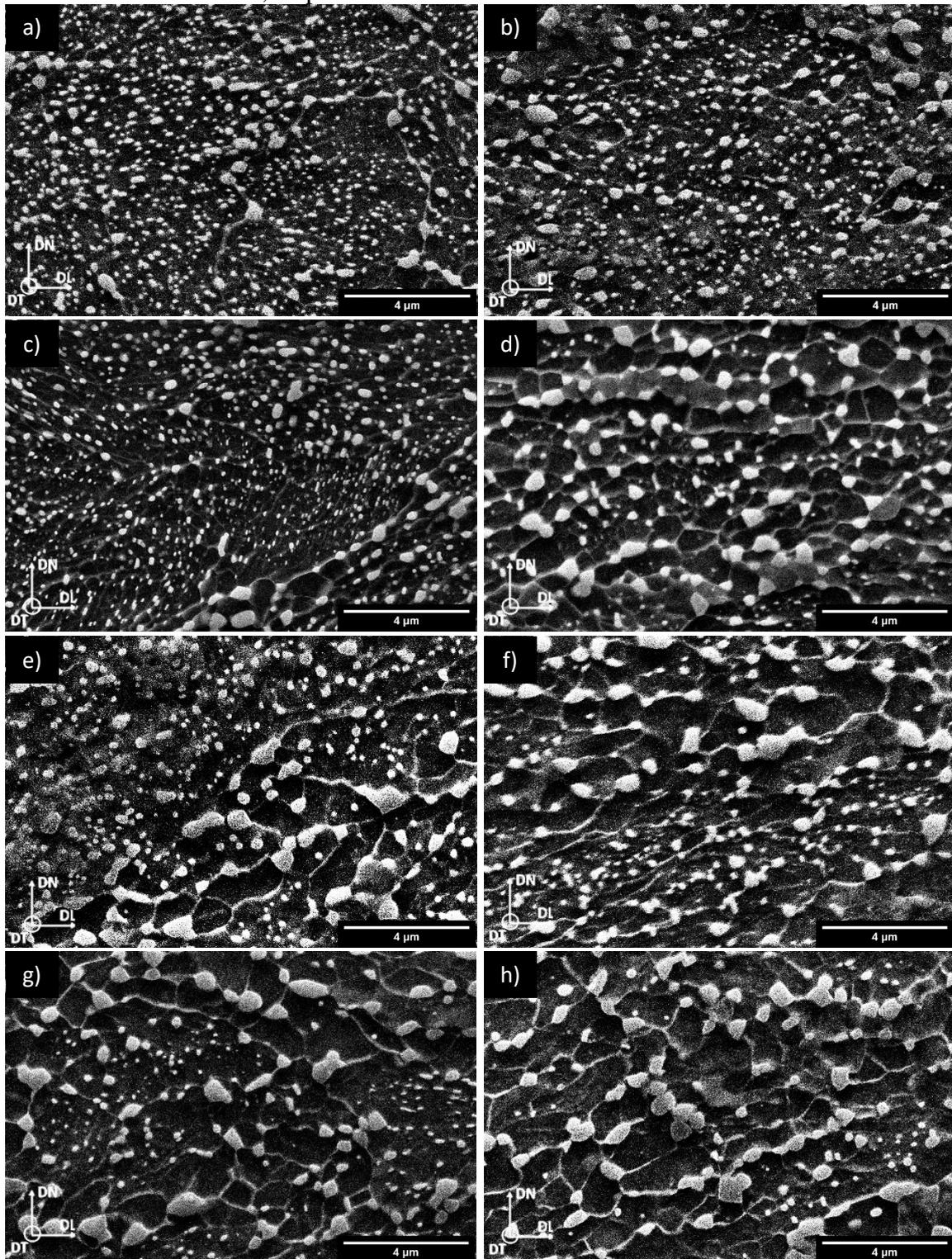
mais elevados, como também podem provocar descarbonetação e perda considerável na resistência mecânica do material.

O processo de esferoidização ocorre basicamente em duas etapas. Inicialmente, as lamelas têm suas extremidades arredondadas, até que as maiores se rompem com a manutenção da alta temperatura. Em seguida, os glóbulos recém-formados crescem às custas dos menores, que desaparecerão. Esse fenômeno é impulsionado pela redução da energia interfacial e da energia acumulada como consequência da deformação prévia sofrida pelo arame na fabricação. A diminuição da quantidade de partículas, observada no gráfico (c) da Figura 28, está associada ao crescimento dos carbonetos maiores (gráfico (b)) pelo processo difusional citado anteriormente, à medida que o tempo de tratamento térmico aumenta. O tamanho máximo atingido foi de  $0,026 \mu\text{m}^2$  no tratamento a 90 min, partindo do tamanho médio inicial de  $0,010 \mu\text{m}^2$  na condição CR.

Comparando os gráficos da Figura 28, não se percebe uma tendência definida do comportamento das partículas do centro em comparação às da extremidade. O grau de esferoidização se apresenta levemente superior na extremidade, enquanto que, inicialmente as partículas se mostram maiores no centro, apresentando um crescimento mais intenso no tratamento realizado a 90 min e invertendo o comportamento. Os carbonetos próximos à borda do arame passam então a ter um tamanho maior que no centro. Porém a variação dos tamanhos entre o meio e extremidade do arame não é significativa.

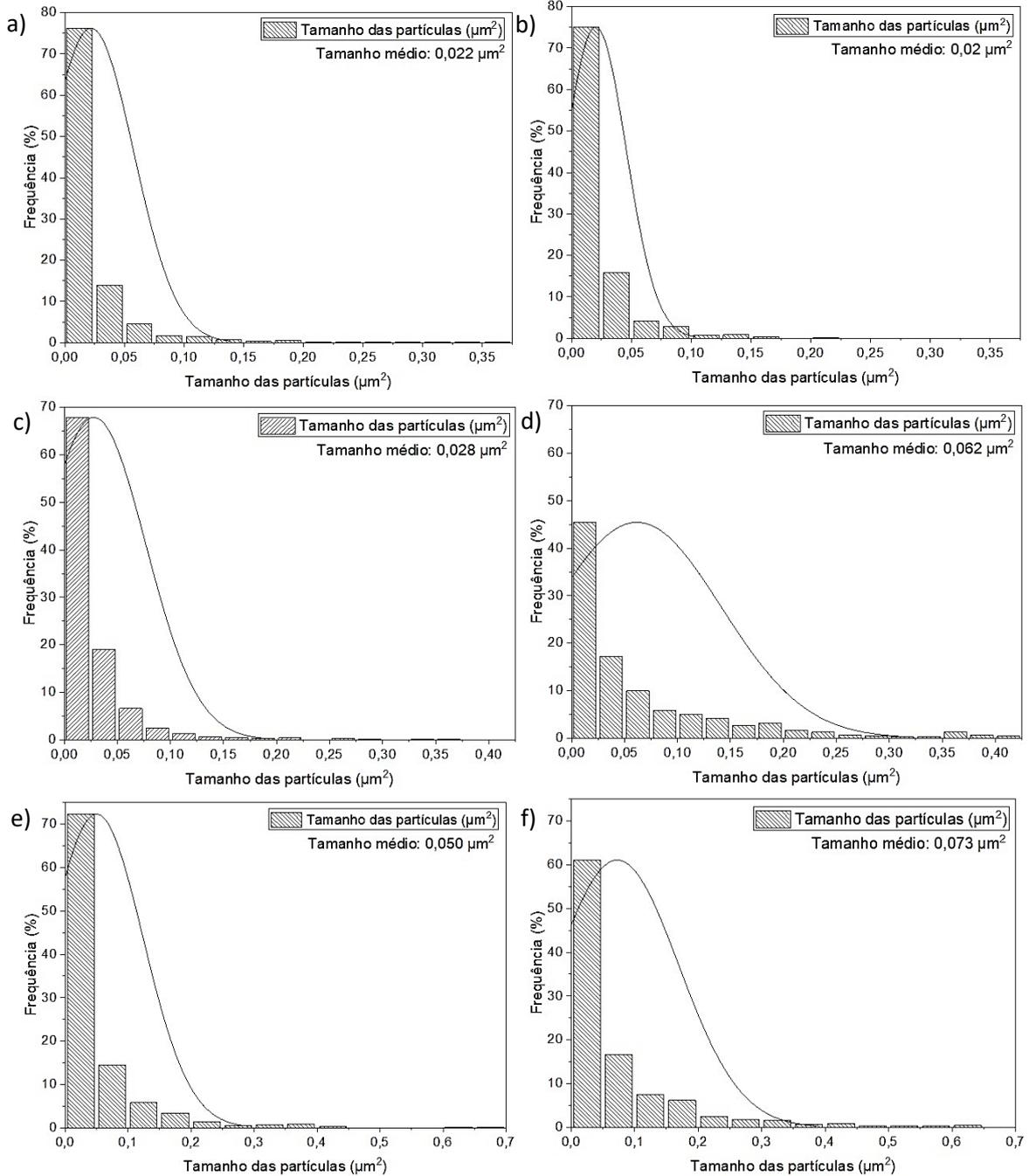
Na figura 29 observa-se a evolução microestrutural do material esferoidizado a  $700^\circ\text{C}$  com intervalos de tempo de tratamento térmico de 30, 60, 90 e 120 min. no centro e extremidade da seção transversal do arame. Assim como no tratamento apresentado anteriormente, neste caso também é possível notar um crescimento das partículas de cementita com o aumento da duração do tratamento. O tempo prolongado de permanência em temperatura próxima da transformação de fase, aproximadamente  $735^\circ\text{C}$  de acordo com os ensaios de calorimetria exploratória diferencial (DSC) (tópico 6.4), favorece a difusão do carbono e a formação de carbonetos concentrados em formato esférico. Percebe-se também que na extremidade as partículas apresentam um crescimento mais expressivo do que os carbonetos localizados no centro do arame. A distribuição do tamanho das partículas, mostrada na Figura 30, expõe esse crescimento heterogêneo nas duas posições.

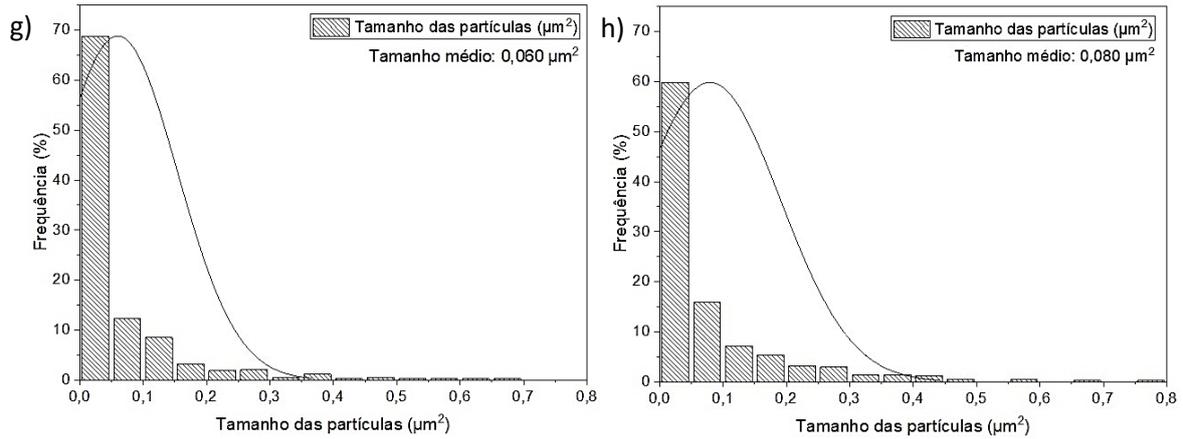
Figura 29 - Imagens de MEV da microestrutura das amostras esferoidizadas a 700 °C durante (a) e (b) 30 min, (c) e (d) 60 min, (e) e (f) 90 min e (g) e (h) 120 min nas posições do centro e extremidade, respectivamente



Fonte: Autor (2022)

Figura 30 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) das amostras esferoidizadas a  $700^\circ\text{C}$  durante (a) e (b) 30 min, (c) e (d) 60 min, (e) e (f) 90 min e (g) e (h) 120 min nas posições do centro e extremidade, respectivamente





Fonte: Autor (2022)

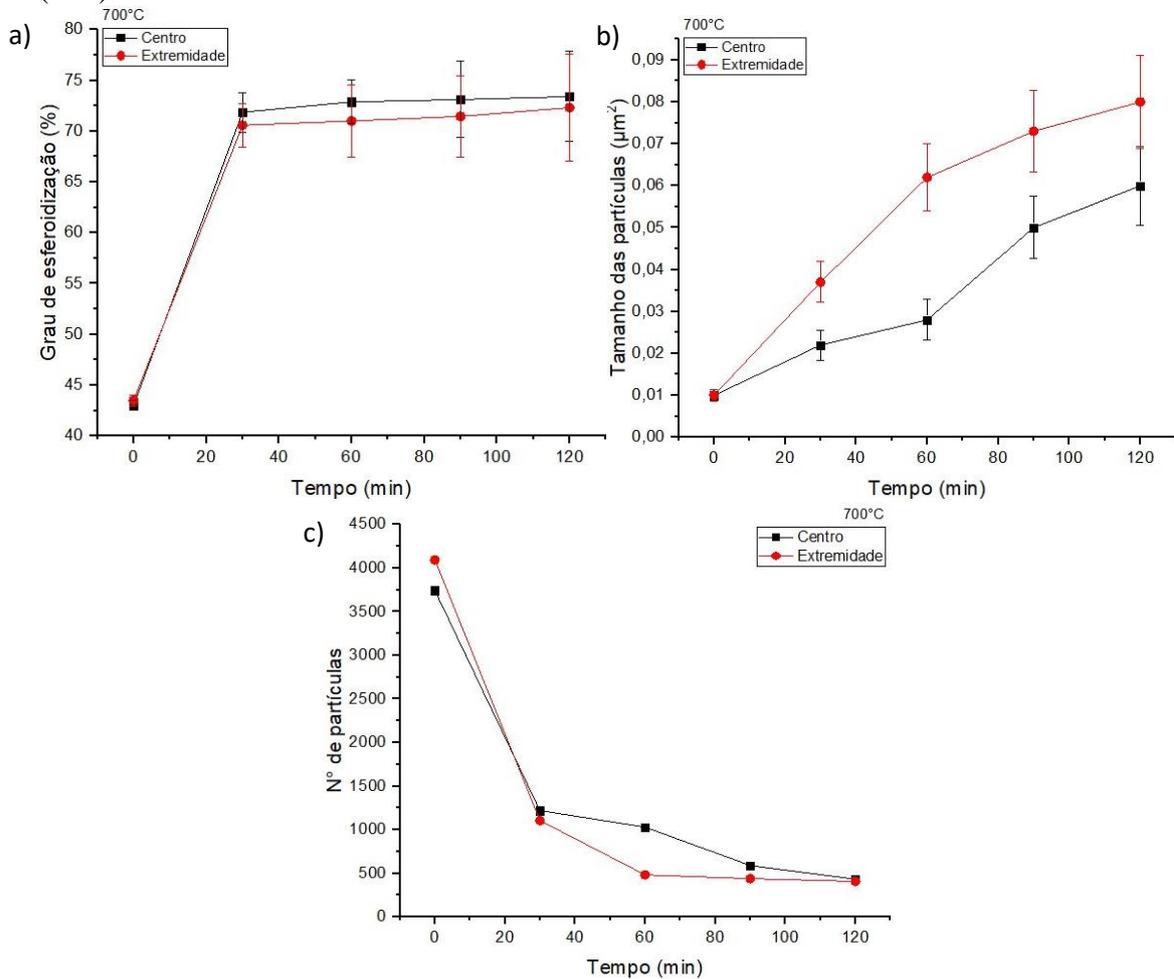
Na Tabela 6 e nos gráficos da Figura 31 estão presentes os dados quantitativos do centro e extremidade dos tratamentos realizados a 700 °C, obtidos à partir da análise das micrografias da Figura 29.

Tabela 6 - Quantificação das partículas de cementita na seção transversal do fio tratado a 700 °C durante 30, 60, 90 e 120 min

		Grau de esferoidização (%)	Fator de forma (D.menor/D.maior)	Nº de partículas	Tamanho médio (µm <sup>2</sup> )
<b>E700_30min</b>	<b>Centro</b>	71,86	0,68	1220	0,022
	<b>Extremidade</b>	70,58	0,68	1105	0,037
	<b>Média</b>	71,22	0,68	1162,5	0,030
<b>E700_60min</b>	<b>Centro</b>	72,88	0,67	1030	0,028
	<b>Extremidade</b>	71,00	0,66	482	0,062
	<b>Média</b>	71,94	0,66	849	0,043
<b>E700_90min</b>	<b>Centro</b>	73,11	0,72	589	0,050
	<b>Extremidade</b>	71,45	0,60	439	0,073
	<b>Média</b>	72,28	0,66	514	0,062
<b>E700_120min</b>	<b>Centro</b>	73,40	0,69	433	0,060
	<b>Extremidade</b>	72,31	0,60	408	0,080
	<b>Média</b>	72,86	0,65	420,5	0,070

Fonte: Autor (2022)

Figura 31 - a) Grau de esferoidização (%), b) tamanho das partículas de cementita ( $\mu\text{m}^2$ ) e c) quantidade de partículas de cementita pela área observada em função do tempo (min) de tratamento térmico a 700 °C



Fonte: Autor (2022)

Assim como na esferoidização a 600 °C, as amostras tratadas a 700 °C apresentaram um crescimento considerável do grau de esferoidização em relação à amostra não tratada (Figura 31 (a)). Comparando ambos os tratamentos térmicos, nota-se que para temperaturas mais próximas da transformação austenítica, o grau de esferoidização se torna mais expressivo devido a maior energia disponível para a difusão. Para os tratamentos realizados durante 90 min, o grau de esferoidização à 700 °C foi de 72,28% (Tabela 6), enquanto que na temperatura de 600 °C atingiu-se o máximo de 68,99% (Tabela 5).

As partículas de cementita nas amostras esferoidizadas são maiores, comparadas à amostra como recebida, e crescem conforme o aumento do tempo de tratamento, variando de 0,01  $\mu\text{m}^2$  (CR) a 0,07  $\mu\text{m}^2$  (E700°C\_120min). Esse aumento é acompanhado pela redução da quantidade de partículas na área observada (Figura 31 (b) e (c)). Essas mudanças morfológicas podem indicar uma perda na resistência mecânica, mas um aumento na ductilidade, o que está

relacionado com o decréscimo da dureza, discutido na seção 6.3.1. Tal comportamento indica que houve uma redução das barreiras que dificultam a movimentação das discordâncias.

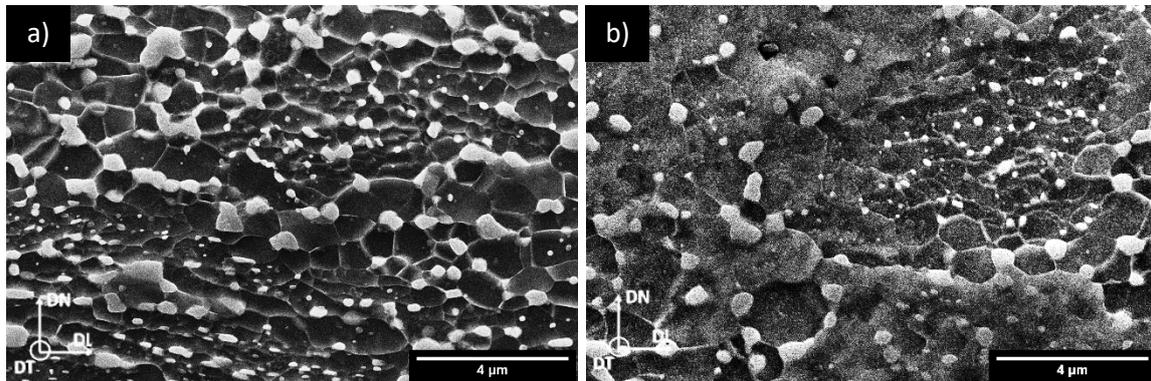
É interessante destacar que as partículas apresentaram um crescimento mais significativo na extremidade do arame se comparado à região do centro. Esse comportamento se deu pelo fato de que a superfície da amostra sofreu maior exposição à alta temperatura, fazendo com que o coalescimento ocorresse de modo mais acelerado nessa região do que no centro. Há portanto a formação de uma morfologia mais estável com menor área interfacial entre a cementita e a ferrita, visando minimizar a relação entre a energia livre de superfície e de volume (BROOKS, 2000). Essa nova estrutura confere ao aço maior facilidade na conformação de peças trabalhadas a frio.

O tratamento realizado a 700 °C permite a ocorrência da evolução da recristalização e esferoidização de forma simultânea. A recristalização é caracterizada pela formação de contornos de alto ângulo pela absorção de defeitos cristalinos e consequente aumento da área total de contornos de grão (PADILHA; SICILIANO, 2005). Porém, as regiões esferoidizadas não necessariamente representam regiões recristalizadas. Os fenômenos se destinam a fases diferentes da microestrutura. A esferoidização ocorre sobre a cementita fragmentada, enquanto que o processo da recristalização atua gradualmente na fase ferrítica (HASHIMOTO, 2019). Desta forma, torna-se difícil identificar as regiões recristalizadas através das micrografias pela dispersão das partículas de cementita na matriz ferrítica. Por isso, é importante fazer um estudo desses fenômenos por meio de análises do Ruído Magnético Barkhausen (RMB) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).

A Figura 32 apresenta a microestrutura da amostra que foi inicialmente laminada a frio com 35% de redução da seção transversal, e em seguida foi tratada termicamente a 700 °C durante 60 min com resfriamento ao ar.

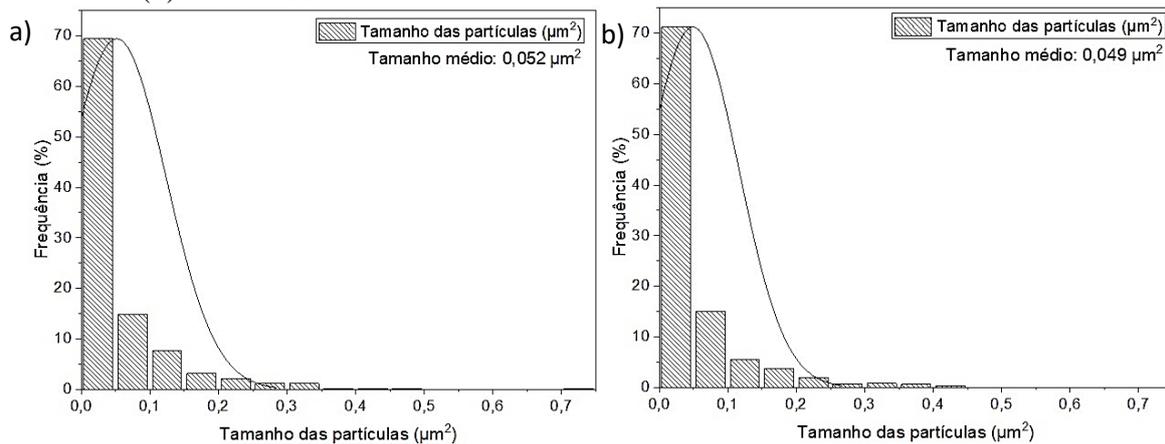
Diferente do tratamento a 700 °C apresentado anteriormente (Figura 29 (c) e (d)), este mostrou um crescimento mais acelerado dos carbonetos no centro (a) em relação aos da extremidade (b). Esse comportamento pode ser observado quantitativamente através da distribuição do tamanho das partículas na Figura 33. É interessante notar que os carbonetos do centro apresentaram o maior tamanho ( $0,052 \mu\text{m}^2$ ) dentre os tratamentos de esferoidização realizados durante 60 min (Figura 36 (b)). Portanto, um processo de deformação prévia, dependendo do grau de deformação aplicado, pode facilitar a esferoidização da microestrutura.

Figura 32 - Imagens de MEV da microestrutura da amostra laminada com redução de 35% seguida de esferoidização a 700 °C durante 60 min nas posições do (a) centro e (b) extremidade



Fonte: Autor (2022)

Figura 33 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) da amostra laminada com redução de 35% seguida de esferoidização a 700 °C durante 60 min nas posições do (a) centro e (b) extremidade



Fonte: Autor (2022)

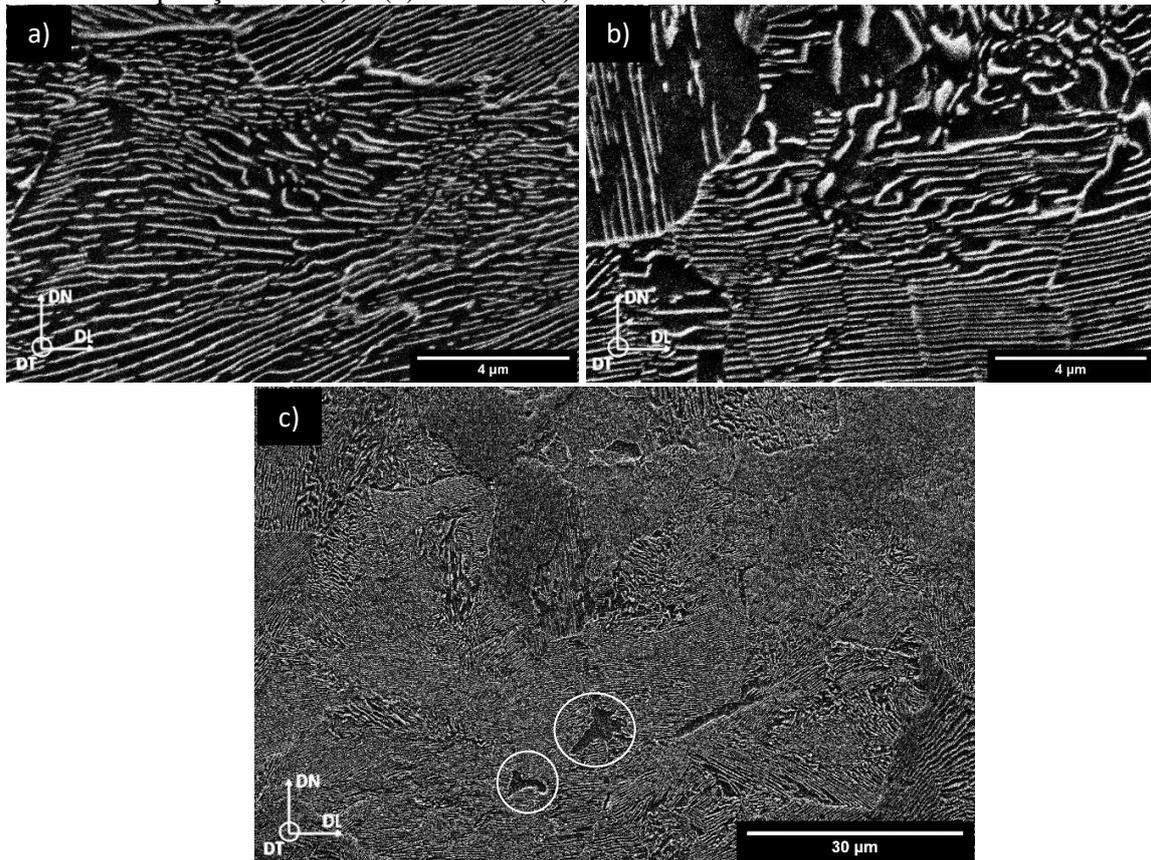
A Figura 34 mostra a microestrutura da amostra que passou por um tratamento térmico de normalização a 800 °C durante 60 min com resfriamento ao ar. Como o tratamento foi realizado a uma temperatura no campo austenítico, houve transformação de fase, obtendo uma microestrutura final de perlita fina.

Na Figura 34 (c) nota-se a presença de ferrita proeutetóide nas regiões mais escuras da micrografia com menor aumento. Tal microestrutura era esperada, uma vez que a composição química avaliada indica como sendo aço hipoeutetóide (Tabela 1).

Os gráficos de dispersão do tamanho da cementita (Figura 35) mostram que houve um crescimento médio da cementita de  $0,01 \mu\text{m}^2$  na condição como recebida, para  $0,10 \mu\text{m}^2$  após o tratamento. Esse crescimento se deu pela transformação da microestrutura formada inicialmente pela combinação de partículas esferoidizadas e lamelares em uma microestrutura

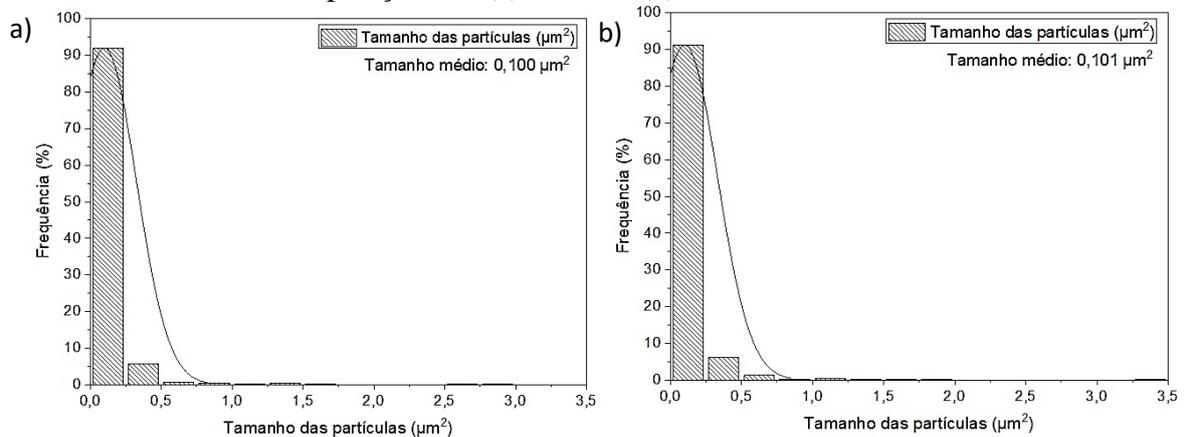
com predominância de lamelas finas e alongadas de cementita dispostas em matriz ferrítica. Essa transformação pode provocar o crescimento da resistência mecânica pelo aumento das fronteiras que dificultam a movimentação das discordâncias.

Figura 34 - Imagens de MEV da microestrutura da amostra normalizada a 800 °C durante 60 min nas posições do (a) e (c) centro e (b) extremidade



Fonte: Autor (2022)

Figura 35 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) da amostra normalizada a 800 °C durante 60 min nas posições do (a) centro e (b) extremidade



Fonte: Autor (2022)

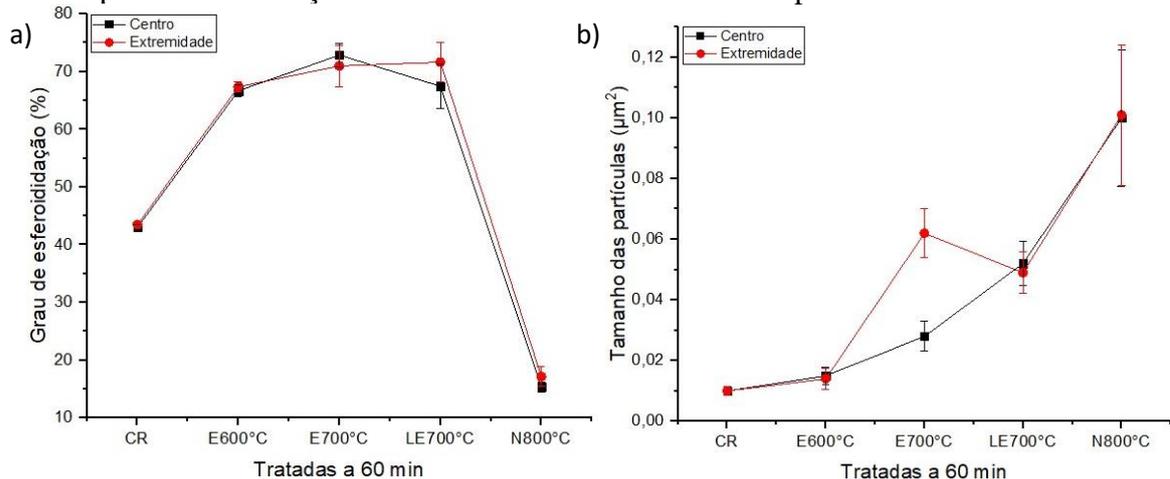
A Tabela 7 apresenta os dados quantitativos entre o centro e extremidade dos tratamentos realizados a 800 °C e a 700 °C com laminação prévia. Na Figura 36 observa-se os gráficos comparativos dos tratamentos realizados em um tempo de 60 min nas duas posições em análise. A partir dos gráficos, é possível verificar a influência da temperatura nas transformações microestruturais e morfológicas que afetam diretamente as propriedades mecânicas e magnéticas do metal.

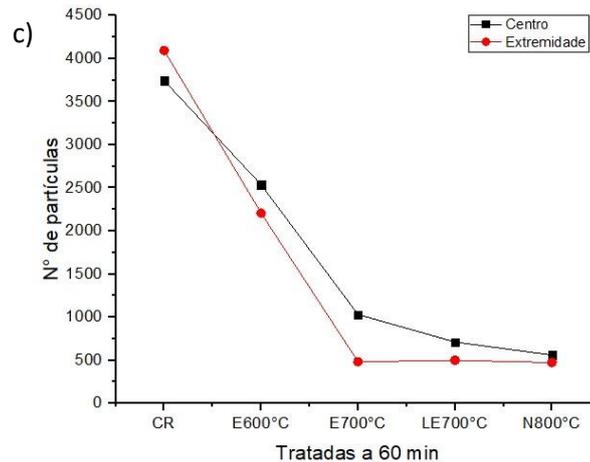
Tabela 7 - Quantificação das partículas de cementita na seção transversal do fio laminado (35%) seguido de tratamento a 700 °C e normalizado a 800 °C durante 60 min

		Grau de esferoidização (%)	Fator de forma (D.menor/D.maior)	Nº de partículas	Tamanho médio ( $\mu\text{m}^2$ )	Espaçamento interlamelar ( $\mu\text{m}$ )	Ângulo de inclinação (°)
LE700_60min	Centro	67,50	0,59	712	0,052	-	-
	Extremidade	71,66	0,69	500	0,049	-	-
	Média	69,58	0,64	606	0,051	-	-
N800_60min	Centro	15,32	0,32	560	0,100	0,20	35,23
	Extremidade	17,15	0,35	474	0,101	0,28	30,82
	Média	16,24	0,34	517	0,101	0,24	33,03

Fonte: Autor (2022)

Figura 36 - a) Grau de esferoidização (%), b) tamanho das partículas de cementita ( $\mu\text{m}^2$ ) e c) quantidade de partículas de cementita pela área observada em função da temperatura e condição de tratamento térmico em um tempo de 60 min





Fonte: Autor (2022)

Analisando o gráfico (a) da Figura 36, nota-se que o aumento da temperatura de 600 °C para 700 °C favorece o crescimento do grau de esferoidização, variando de 67,05% (Tab. 5) para 71,94% (Tab. 6), devido a maior energia disponível para a difusão e o coalescimento dos carbonetos. Isso mostra que a variação da temperatura é mais eficiente para o aumento do grau de esferoidização do que a variação do tempo.

No gráfico (b) da Figura 36 observa-se um crescimento contínuo do tamanho das partículas com a elevação da temperatura. Nas amostras esferoidizadas, os carbonetos cresceram de 0,01  $\mu\text{m}^2$  (Tab. 4) a 0,05  $\mu\text{m}^2$  (Tab. 7). As lamelas no tratamento a 800 °C apresentam a maior área superficial (0,101  $\mu\text{m}^2$ ) (Tab. 7), devido o alongamento da cementita.

Não é possível notar uma diferença significativa no comportamento da cementita entre o centro e a borda do arame com a variação da temperatura, podendo adotar o valor médio entre as posições analisadas. Porém, é interessante destacar que as partículas da extremidade da amostra esferoidizada a 700 °C tiveram um crescimento mais acelerado que as do centro (Figura 36 (b)). Na Figura 36 (c), a quantidade de carbonetos se apresenta levemente superior na região central, reiterando o que já foi mencionado anteriormente, em que as regiões próximas da borda são mais afetadas pelo calor no tratamento térmico, tendo uma maior disponibilidade de energia para o crescimento das partículas.

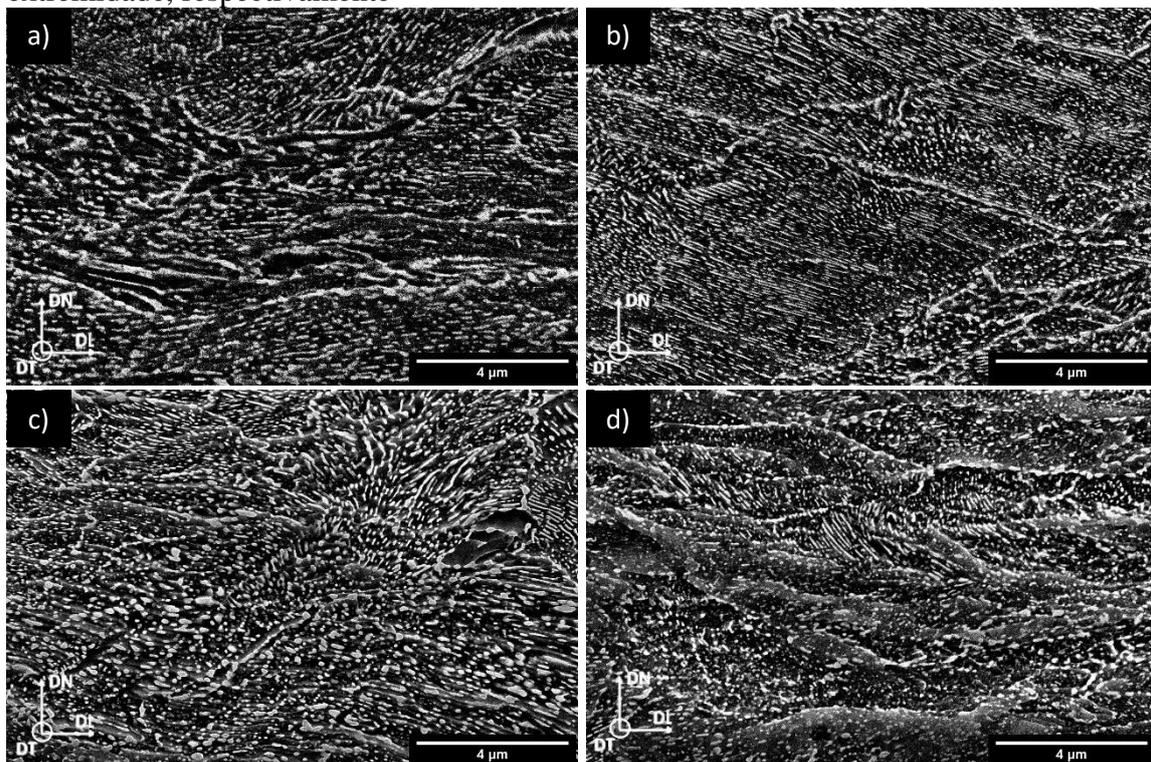
Segundo Oyama *et al.* (1984), os tratamentos de esferoidização provocam o aumento da ductilidade sem interferir na tensão de escoamento no material. Já o tratamento de normalização produz lamelas mais finas de perlita, e influencia diretamente na tensão de escoamento, devido a austenitização das amostras e aos processos de recristalização e crescimento de grãos, além de mudanças no espaçamento interlamelar.

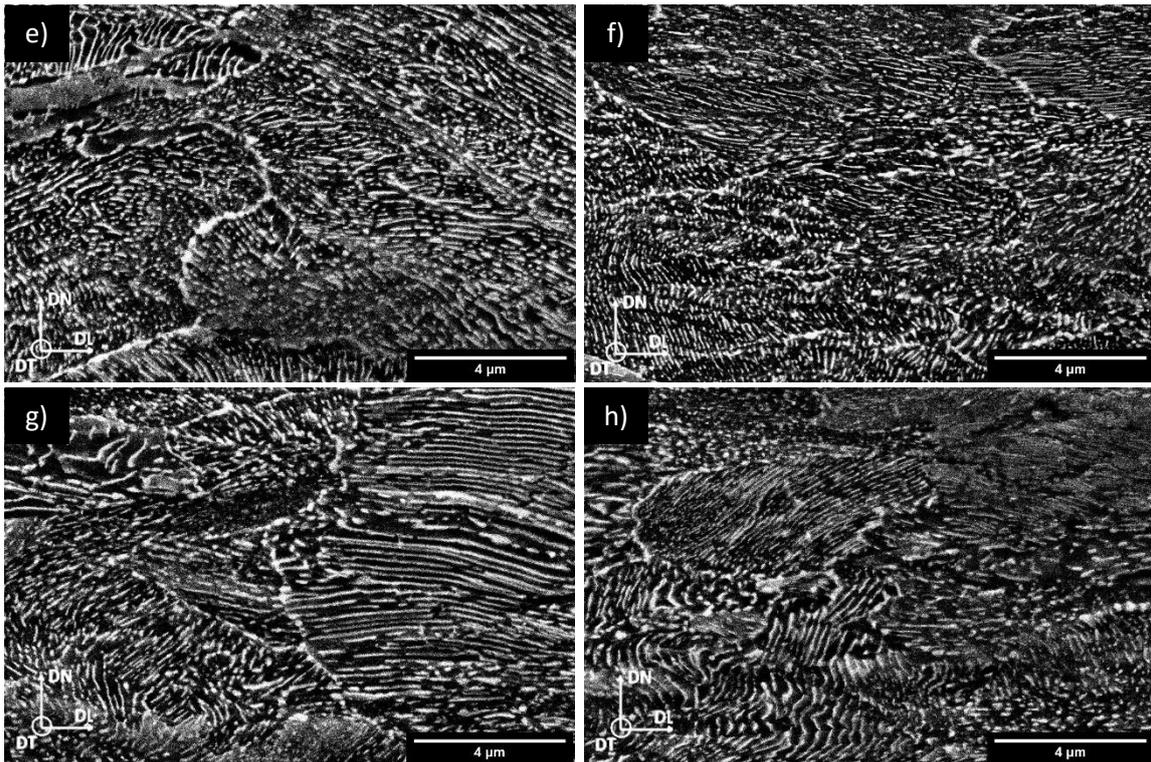
Nas micrografias apresentadas na Figura 37, observa-se a evolução da microestrutura nas amostras laminadas com reduções da espessura de 5, 10, 20 e 35% nas posições do centro e extremidade da seção transversal do arame. A Tabela 8 resume os dados quantitativos do grau de esferoidização, fator de forma, tamanho médio dos carbonetos, número de partículas e ângulo de inclinação das partículas.

Assim como foi observado em estudos anteriores (TAGASHIRA *et al.*, 2000; ZHANG *et al.*, 2007; MASSÉ, 2010), as imagens obtidas no MEV de aços perlíticos após a laminação a frio revelam uma estrutura deformada não uniforme. Esse material apresenta uma estrutura de perlita fina descontínua com a presença de cementita globular, como consequência do processamento termomecânico de fabricação dos fios e posterior deformação por laminação. Devido a essa descontinuidade, torna-se difícil calcular os valores precisos do espaçamento interlamelar, principal parâmetro microestrutural no controle da resistência mecânica de aços perlíticos.

A deformação heterogênea da laminação leva a uma microestrutura heterogênea entre o núcleo e a borda do arame. A área de máxima deformação corresponde a região do centro, onde a força de compressão atua com maior intensidade (MASSÉ, 2010).

Figura 37 - Imagens de MEV da microestrutura das amostras laminadas com reduções de (a) e (b) 5%, (c) e (d) 10%, (e) e (f) 20% e (g) e (h) 35% nas posições do centro e extremidade, respectivamente





Fonte: Autor (2022)

Observando as microestruturas da Figura 37, percebe-se que as tensões compressivas verticais aplicadas durante a laminação fazem com que as lamelas que estão em uma posição perpendicular ao plano de laminação tomem um formato de dobras, enquanto outras se quebram em partículas menores de cementita. Essa quebra ocorre pelo deslizamento da ferrita cruzando as lamelas perpendiculares, que por serem formadas por carbonetos, são duras e quebradiças (IZOTOV *et al.*, 2007). Já as lamelas dobradas se convertem em bandas de cisalhamento com a evolução da laminação a frio (TAGASHIRA *et al.*, 2000; ZHANG *et al.*, 2007).

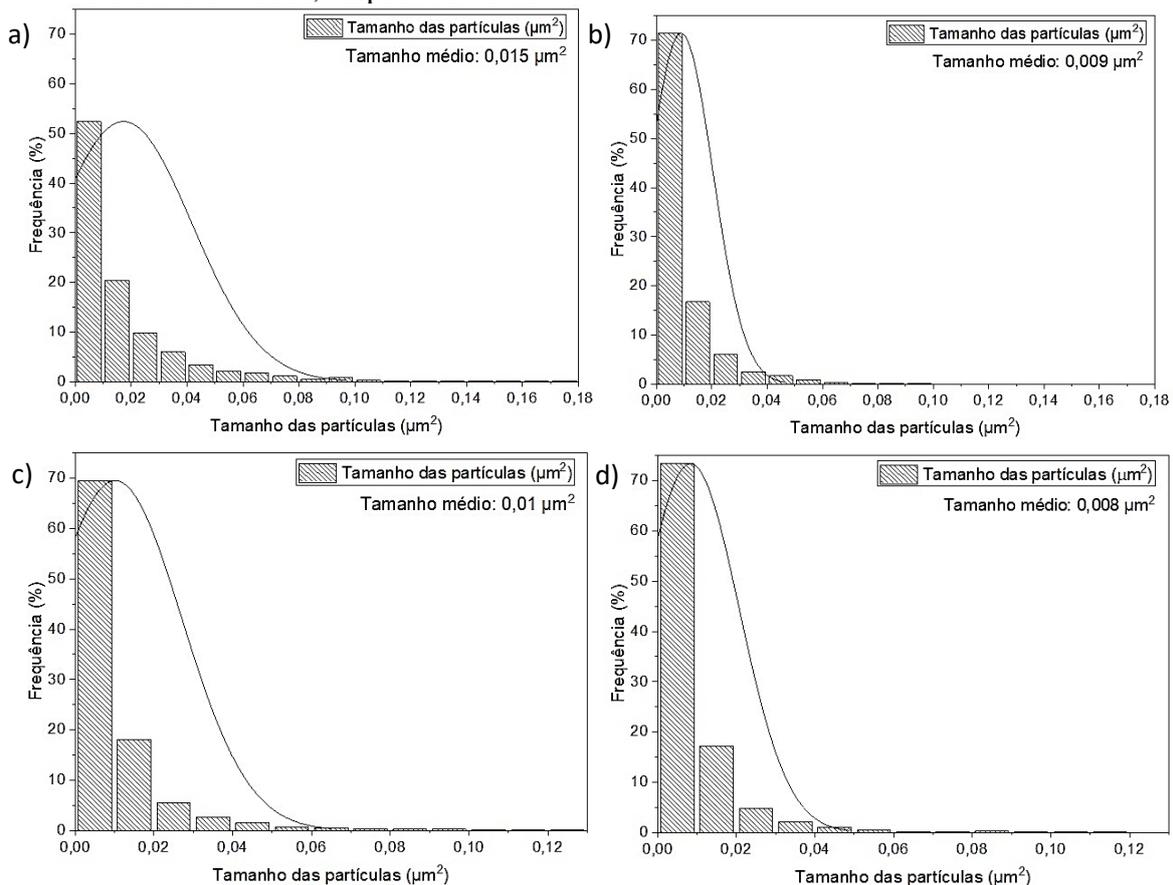
As lamelas que estão orientadas paralelamente ao plano de laminação têm a tendência de se tornarem mais alongadas no sentido da laminação, além disso, há a diminuição do espaçamento interlamelar conforme a deformação cresce. De acordo com os estudos de Langford (1977), Embury e Fisher (1966), a resistência do aço é inversamente proporcional à raiz quadrada do espaçamento interlamelar, conforme dita a relação de Hall-Petch. Com o aumento da aplicação da tensão, as lamelas que sofreram torção e fragmentação rotacionam e tendem a se alinhar na direção de laminação. Esse fenômeno é acompanhado pela redução da espessura das lamelas, que tornam-se cada vez mais finas. Porém a deformação máxima aplicada (35%) não foi suficientemente severa para orientar totalmente as colônias de lamelas, uma vez que a orientação destas permanece aleatória, conforme pode ser observado na Figura

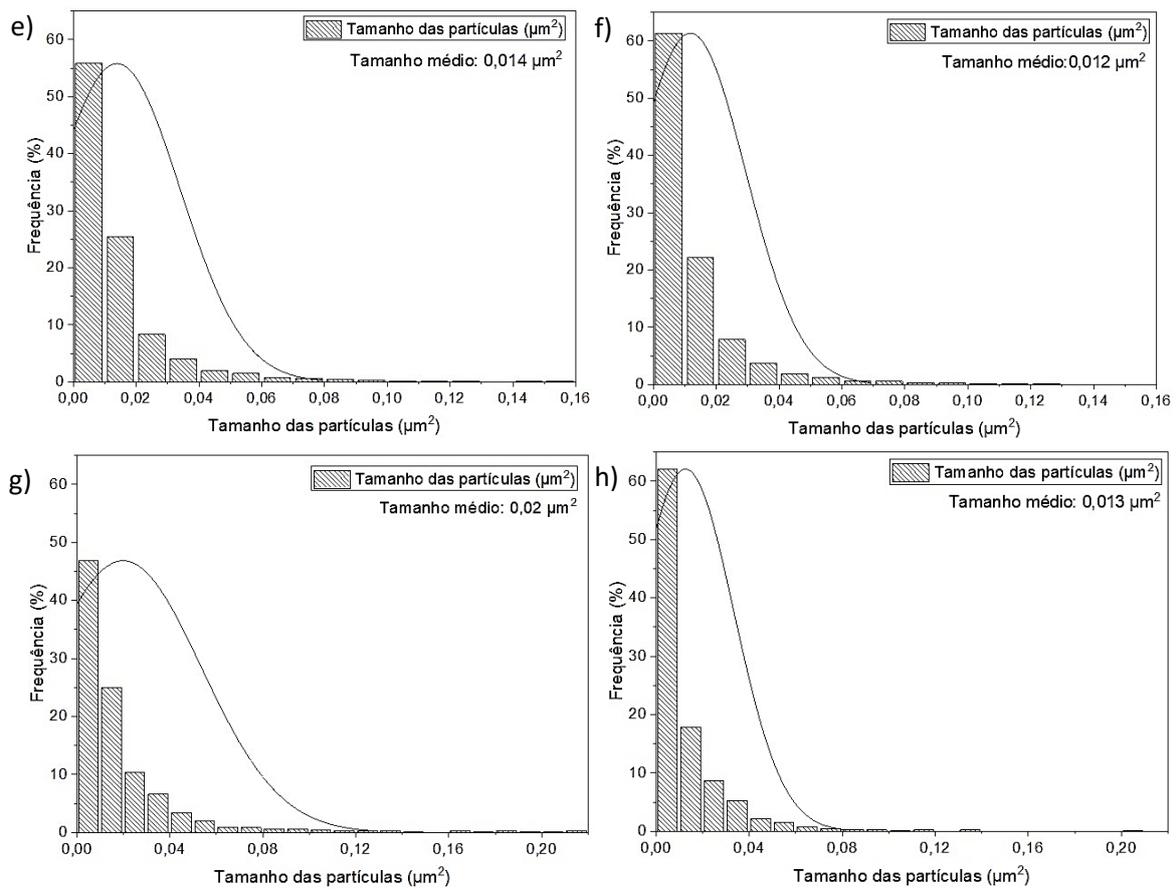
37 (g) e (h). As Tabelas 4 e 8 mostram que o ângulo de inclinação das lamelas em relação à direção de laminação variou de aproximadamente  $47^\circ$  a  $44^\circ$  nas condições CR e L35%, respectivamente.

Percebe-se também a presença de carbonetos precipitados que se acumulam nos contornos de grão. Por serem regiões com maior acúmulo de discordâncias e lacunas, estes contornos funcionam como pontos de ancoragem para as partículas de cementita em movimento durante a deformação.

A Figura 38 mostra os gráficos de dispersão do tamanho da cementita, enquanto a Figura 39 apresenta os gráficos dos dados quantitativos em função do grau de deformação por laminação nas posições do centro e da extremidade.

Figura 38 - Distribuição do tamanho das partículas ( $\mu\text{m}^2$ ) das amostras laminadas com reduções de (a) e (b) 5%, (c) e (d) 10%, (e) e (f) 20% e (g) e (h) 35% nas posições do centro e extremidade, respectivamente





Fonte: Autor (2022)

Pelos gráficos da Figura 38, percebe-se a predominância de carbonetos menores em todas as microestruturas laminadas. Inicialmente, com baixas intensidades de deformação (5 e 10%), ocorre uma redução do tamanho devido a quebra da cementita com orientação desfavorável à direção de laminação. Porém, nota-se uma tendência ao aumento do tamanho das partículas conforme a deformação se intensifica. A partir da redução de 20% (Figura 38 (e) e (f)), as partículas passam a ter um tamanho maior do que as da amostra CR (Figura 25 (a) e (b)), variando em média de 0,010 µm<sup>2</sup> (CR) a 0,013 µm<sup>2</sup> (L20%). Esse comportamento se justifica pelo alongamento das lamelas, que se intensifica devido as maiores tensões aplicadas durante a laminação e a reorganização de algumas colônias de lamelas no sentido favorável após a deformação inicial.

Comparando com o gráfico (d) da Figura 39, percebe-se que ocorre um comportamento inverso com o número de partículas de cementita por área observada, que decresce com o aumento da deformação. As transformações ocorridas tanto no tamanho como na quantidade de carbonetos por área estão atreladas ao crescimento das partículas provocado pela laminação. Quanto maior a taxa de deformação, mais alongados tornam-se os carbonetos,

que ocupam maior área na região observada, fazendo com que se perceba uma menor quantidade de partículas por área.

O aumento no tamanho das partículas também pode estar associado a uma diminuição do espaçamento interlamelar, fazendo com que haja um crescimento na resistência mecânica das amostras laminadas com o aumento da taxa de deformação. Tal crescimento ocorre principalmente devido multiplicação e acúmulo das discordâncias nos contornos de grão e nas interfaces ferrita-cementita.

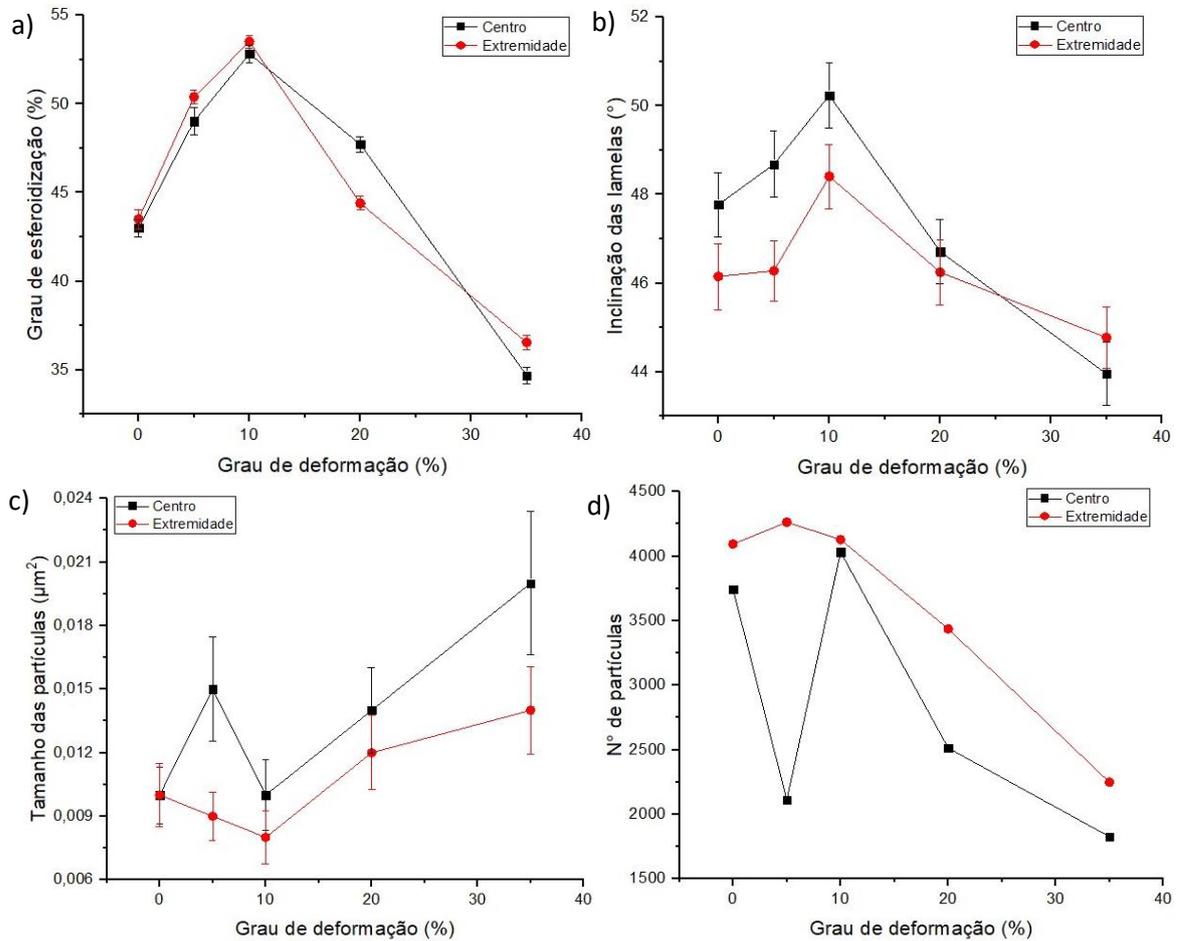
Observando os valores médios do tamanho dos carbonetos nas duas posições analisadas, nota-se que as partículas do centro são predominantemente maiores que as da extremidade, como pode ser visto no gráfico (c) da Figura 39. Em contrapartida, percebe-se que os carbonetos da extremidade estão em maior quantidade em relação aos do centro (Figura 39 (d)). Os resultados estão em conformidade com o que foi apresentado por Massé (2010), onde uma representação esquemática experimental e por elementos finitos mostraram que o campo de tensões desenvolvido durante a laminação é heterogêneo. Na região central, as partículas se apresentam mais alongadas e conseqüentemente maiores devido a predominância das tensões compressivas. Na região próximo às bordas do arame, a presença das tensões trativas provoca uma mudança morfológica menos significativa nas partículas da seção transversal.

Tabela 8 - Quantificação das partículas de cementita na seção transversal do fio laminado com reduções de 5, 10, 20 e 35%

		Grau de esferoidização (%)	Fator de forma (D.menor/D.maior)	Nº de partículas	Tamanho médio ( $\mu\text{m}^2$ )	Ângulo de inclinação ( $^\circ$ )
	<b>Centro</b>	49,02	0,54	2111	0,015	48,68
<b>L5%</b>	<b>Extremidade</b>	50,40	0,50	4263	0,009	46,28
	<b>Média</b>	49,71	0,52	3187	0,012	47,48
	<b>Centro</b>	52,83	0,57	4033	0,010	50,24
<b>L10%</b>	<b>Extremidade</b>	53,51	0,61	4129	0,008	48,41
	<b>Média</b>	53,17	0,59	4081	0,009	49,32
	<b>Centro</b>	47,72	0,53	2514	0,014	46,71
<b>L20%</b>	<b>Extremidade</b>	44,40	0,52	3437	0,012	46,25
	<b>Média</b>	46,06	0,52	2975	0,013	46,48
	<b>Centro</b>	34,69	0,45	1826	0,020	43,95
<b>L35%</b>	<b>Extremidade</b>	36,55	0,46	2248	0,014	44,77
	<b>Média</b>	35,62	0,46	2037	0,017	44,36

Fonte: Autor (2022)

Figura 39 - a) Grau de esferoidização (%), b) inclinação das lamelas ( $^{\circ}$ ), c) tamanho das partículas de cementita ( $\mu\text{m}^2$ ) e d) quantidade de partículas de cementita pela área observada em função do grau de deformação na laminação



Fonte: Autor (2022)

De acordo com o gráfico (a) da Figura 39, percebe-se um aumento no grau de esferoidização das amostras laminadas com redução de até 10%. Para reduções maiores, o grau de esferoidização cai para valores inferiores ao da amostra como recebida, variando em média de 43,25% na amostra CR para 35,62% na amostra L35%. Um comportamento semelhante pode ser observado no gráfico (b), que indica o ângulo de inclinação das lamelas em relação à direção de laminação. Nas deformações iniciais (5 e 10%) há um aumento na desorientação das partículas, com ângulo variando em média de 46,96 $^{\circ}$  na condição CR a 49,32 $^{\circ}$  na condição L10%. Em seguida, a inclinação dos carbonetos passa a diminuir, tornando-se mais favoráveis à direção de laminação e atingindo um mínimo de 44,36 $^{\circ}$  na condição L35%. Como as deformações aplicadas foram de baixa intensidade, a variação dos ângulos não foi tão significativa.

Os resultados apresentados confirmam o que já foi mencionado anteriormente, em que o aumento, tanto do grau de esferoidização quanto do ângulo de inclinação nas menores taxas de deformação, está associado ao processo inicial da quebra das lamelas de cementita, principalmente daquelas perpendiculares à direção de laminação. Posteriormente, há o alongamento tanto das partículas quebradas como das lamelas que já se encontram paralelas ao sentido da laminação pela aplicação de maiores tensões, além do alinhamento de algumas colônias de lamelas que não estão orientadas no sentido longitudinal.

Não foi observada uma diferença significativa nem um padrão de comportamento na variação do grau de esferoidização e no ângulo de orientação entre as regiões do centro e extremidade, podendo adotar o valor médio entre as posições analisadas. Porém é interessante destacar que a amostra que sofreu redução de 35% apresentou os menores valores do grau de esferoidização e do ângulo de inclinação no centro do arame, reiterando o fato de que as partículas nessa região sofreram maior influência das tensões compressivas. Portanto, os carbonetos encontram-se mais alongados e mais orientados na direção de laminação.

O fator de forma médio variou de 0,56 no material CR (Tabela 4) para 0,46 na condição L35% (Tabela 8), apresentando um valor máximo de 0,59 na condição L10%. Portanto, após a laminação a microestrutura permanece com morfologia heterogênea, onde o formato das partículas de cementita varia entre lamelar e esférica. Porém, para deformações acima de 35% há a predominância de partículas lamelares, enquanto nas amostras com menores taxas de deformação predominam as partículas globulares, assim como na amostra CR.

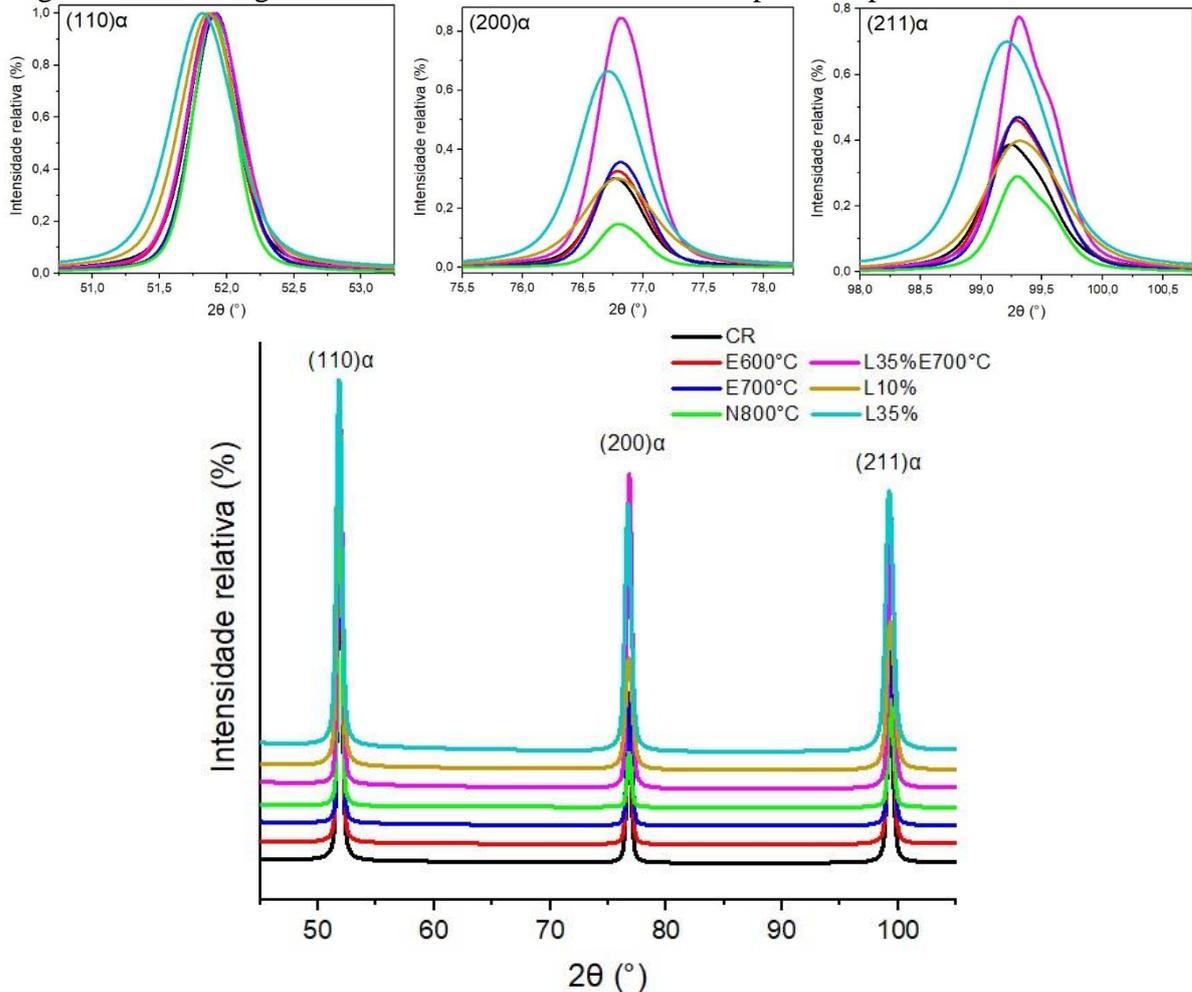
### **6.1.2 Difração de Raios X (DRX)**

Na Figura 40 a seguir estão representados os difratogramas refinados das amostras nas condições como recebida, tratadas termicamente durante 60 min com variação da temperatura (600, 700 e 800 °C) e da condição inicial (como recebida ou laminada), e laminadas com redução de 10 e 35%. Nota-se a presença de três picos distintos referentes às famílias de planos {110}, {200} e {211}, correspondentes a matriz ferrítica CCC (Ferro  $\alpha$ ).

Os tratamentos térmicos de esferoidização a 600 e 700 °C provocam um ligeiro aumento na intensidade dos picos, enquanto que na normalização a 800 °C há uma redução dessa intensidade relativa às famílias de planos {200} e {211}. Nas amostras laminadas há um desvio mais perceptível da posição central dos picos para menores ângulos  $2\theta$ , comparadas a posição dos picos na amostra CR. Nota-se também que os picos de L10%, L35%E700°C e L35% se encontram mais alargados. A intensidade dos picos cresce de acordo com o aumento

da deformação. Quanto maior os picos, maior a influência da textura. A fragmentação da cementita observada nos corpos de prova deformados e o aumento da densidade de discordâncias causam maior distorção na rede cristalina e provocam um crescimento da energia armazenada, o que pode levar à intensificação da textura cristalográfica (MASOUMI *et al.*, 2022).

Figura 40 - Difratograma das amostras analisadas e os respectivos picos detalhados



Fonte: Autor (2022)

Diferentes fatores podem ser responsáveis pelas modificações das linhas de difração. O alargamento dos picos é atribuído à densidade de discordâncias, ao tamanho do cristalito e à presença de microdeformações, ou seja, distorções da estrutura cristalina devido uma tensão aplicada ou residual. Estes parâmetros estruturais são associados a muitas propriedades interessantes dos materiais.

Os defeitos unidimensionais, por causarem campos de tensão mais extensos, provocam o aparecimento de defeitos de difração em torno de baixos valores de  $2\theta$ , ou seja,

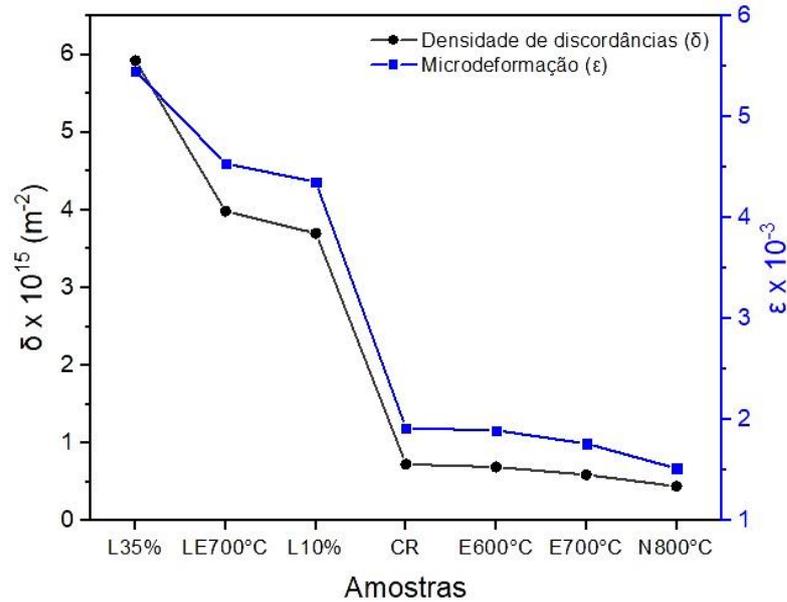
causam o alargamento dos picos de difração. Esse comportamento ocorre em materiais em que a distribuição da deformação é não uniforme. Já os defeitos planares provocam deformações que são uniformemente distribuídas, sendo o novo espaçamento constante de um grão para o outro para um conjunto de planos particular. Esse tipo de deformação provoca o deslocamento das linhas de difração para novas posições de  $2\theta$ . Quando a distorção é de compressão, o pico se desvia para a esquerda, quando é de tração, o desvio ocorre para a direita (ÚNGAR, 2001; SOUSA, 2014).

O refino dos picos de difração foi feito baseado no método de Rietveld, utilizando as relações de Debye – Scherrer (MURAMBA, 2015) e Stoke – Wilson (PARVEEN, 2017), demonstradas nas Equações 12, 13 e 14, para estimar a densidade de discordâncias ( $\delta$ ) e microdeformações ( $\epsilon$ ), respectivamente. A Figura 41 apresenta a evolução desses dois parâmetros de acordo com o aumento da taxa de deformação e da temperatura de tratamento térmico. Na Tabela 9 estão presentes os resultados calculados da densidade de discordâncias ( $\delta$ ) e microdeformações ( $\epsilon$ ), além da distância interplanar ( $d$ ), parâmetro de rede ( $a$ ), largura ( $FWHM$ ) e posição ( $2\theta$ ) dos picos para as condições citadas.

Percebe-se um crescimento significativo dos parâmetros com o aumento do grau de redução na laminação a frio. A densidade de discordâncias teve um crescimento de  $0,73 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$  na condição CR para  $3,70 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$  na amostra L10% e  $5,92 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$  na amostra L35%. Portanto, há uma multiplicação do número de defeitos cristalográficos devido o aumento gradual da deformação. A amostra previamente laminada com redução de 35% seguida de tratamento a  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  por 60 min apresentou certa recuperação dos defeitos gerados na deformação, porém o tratamento aplicado não foi suficiente para recuperar o material às suas condições iniciais.

Por outro lado, o aumento da temperatura de tratamento térmico provoca a redução tanto da densidade de discordâncias como das microdeformações. A amostra normalizada a  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  apresentou densidade de discordâncias de  $4,45 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ , em comparação com a amostra não tratada (CR), com  $7,30 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ . Já a microdeformação teve uma redução de  $1,9 \times 10^{-3}$  (CR) para  $1,5 \times 10^{-3}$  (N800°C). Este comportamento indica a presença de processos de recuperação, alívio de tensões, dissolução de discordâncias e redução de defeitos cristalinos nos materiais tratados termicamente.

Figura 41 - Densidade de discordâncias e microdeformação das condições analisadas obtidos pelo refino do difratograma



Fonte: Autor (2022)

Tabela 9 - Posição dos picos ( $2\theta$ ), full width at half maximum (FWHM) ( $^\circ$ ), distância interplanar ( $d$ ), parâmetro de rede ( $a$ ), densidade de discordâncias ( $\delta$ ) e microdeformações ( $\epsilon$ ) obtidos a partir do refino da análise por DRX

Amostra	h	k	l	$2\theta$ ( $^\circ$ )	$d$ ( $\text{\AA}$ )	$a$ ( $\text{\AA}$ )	$\delta \times 10^{15} \text{ (m}^{-2}\text{)}$	$\epsilon \times 10^{-3}$
L35%	1	1	0	51,782	2,030	2,870	5,924	5,454
	2	0	0	76,660	1,435	2,870		
	2	1	1	99,150	1,172	2,870		
L35%E700	1	1	0	51,868	2,028	2,868	3,987	4,539
	2	0	0	76,773	1,434	2,868		
	2	1	1	99,296	1,171	2,868		
L10%	1	1	0	51,825	2,028	2,868	3,702	4,356
	2	0	0	76,733	1,434	2,868		
	2	1	1	99,259	1,171	2,868		
CR	1	1	0	51,852	2,029	2,870	0,730	1,918
	2	0	0	76,725	1,435	2,870		
	2	1	1	99,207	1,172	2,870		
E600	1	1	0	51,849	2,028	2,869	0,692	1,897
	2	0	0	76,742	1,434	2,869		
	2	1	1	99,249	1,171	2,869		
E700	1	1	0	51,882	2,029	2,869	0,594	1,764
	2	0	0	76,768	1,434	2,869		
	2	1	1	99,267	1,171	2,869		
N800	1	1	0	51,863	2,028	2,868	0,445	1,520
	2	0	0	76,761	1,434	2,868		
	2	1	1	99,275	1,171	2,868		

Fonte: Autor (2022)

## 6.2 Propriedades Eletromagnéticas

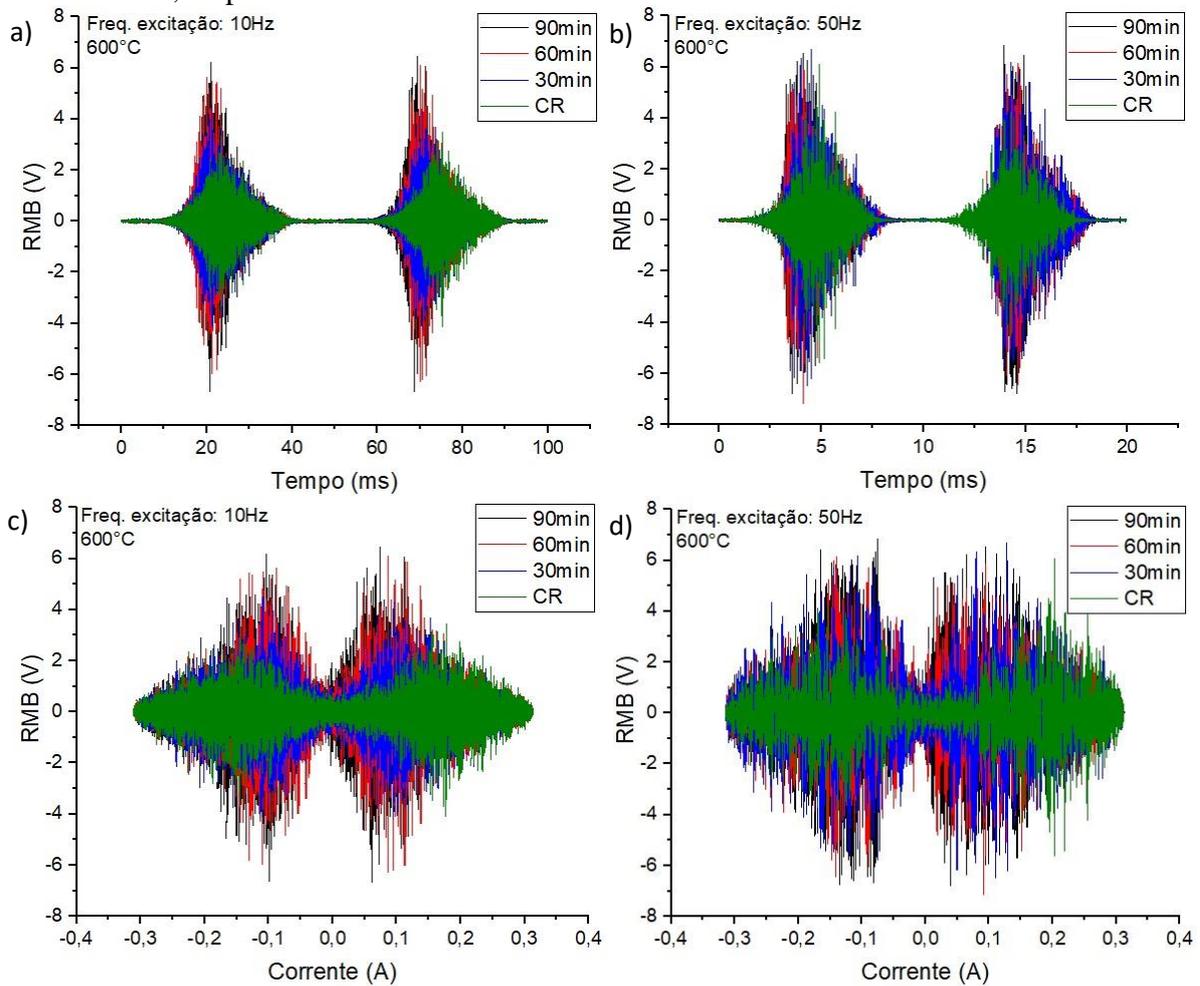
Os resultados nessa seção serão apresentados relacionando separadamente os seguintes processos realizados no material: laminação, tratamentos térmicos realizados durante 60 minutos, tratamentos térmicos a 600 °C e a 700 °C.

### 6.2.1 Ruído Magnético Barkhausen (RMB)

Diferentes variáveis influenciam o sinal do RMB, por isso é necessário fazer uma seleção adequada dos parâmetros que serão utilizados, de forma que se obtenha uma leitura correta do sinal em comparação com as transformações ocorridas no material. Neste trabalho o ruído foi medido no domínio do tempo e da corrente, com frequências de excitação de 10 e 50 Hz. A Figura 42 apresenta os dois primeiros sinais de excitação do RMB para as amostras tratadas termicamente a 600 °C em comparação com a amostra como recebida. Pode-se observar que, tanto para o tempo quanto para a corrente, o pico do sinal tende a aumentar com o aumento do tempo de esferoidização, além de ter sua posição deslocada para a esquerda em relação ao tempo, e para a direita em relação a corrente.

O sinal para a frequência de 50 Hz é mais descontínuo e disperso se comparado ao sinal obtido com 10 Hz. Tal efeito ocorre pois o aumento da frequência produz incrementos nas correntes parasitas, as quais são responsáveis pela geração de campos magnéticos de reação ao campo externo, gerando um aumento no campo coercitivo ( $H_c$ ). À medida que a frequência aumenta, a penetração do sinal do RMB diminui, fazendo com que a distribuição de correntes fique mais densa na superfície do material, provocando aumento na superposição de pulsos no sistema (MARQUES, 2017; ZOU *et al.*, 2021).

Figura 42 - Variação do sinal do RMB em função do tempo de tratamento térmico a 600 °C no domínio do tempo (a) e (b), e da corrente (c) e (d), com frequências de excitação de 10 e 50 Hz, respectivamente



Fonte: Autor (2022)

Para os outros processos realizados nas amostras, a influência da variação da frequência de excitação no ruído foi semelhante. Já o comportamento do RMB em função do tempo e corrente foram diferentes. Para analisar a influência das transformações microestruturais no RMB, serão consideradas as curvas enveloppes do ruído referentes aos sinais da Figura 42 (a), com frequência de excitação de 10 Hz no domínio do tempo.

Na Figura 43 pode-se observar os envelopes do sinal RMB sob as diferentes condições de processamento. Como mencionado anteriormente, nas amostras tratadas a 600 °C (a) observa-se que, à medida que a duração da esferoidização aumenta, a amplitude dos picos cresce e a posição do pico tem a tendência a se deslocar para uma força de campo magnético mais baixa, atingindo um  $RMB_{\text{máx}}$  de 2,83 V na condição tratada a 90 min, em contraste com o 1,32 V na condição como recebida. Isso ocorre devido a redução da área de superfície efetiva dos locais de fixação das paredes de domínios devido as mudanças morfológicas na

microestrutura. A distância média entre as partículas de cementita aumenta, permitindo que as paredes de domínios de movam mais livremente, o que resulta em um campo magnético mais baixo na posição de pico e uma atividade de Barkhausen maior.

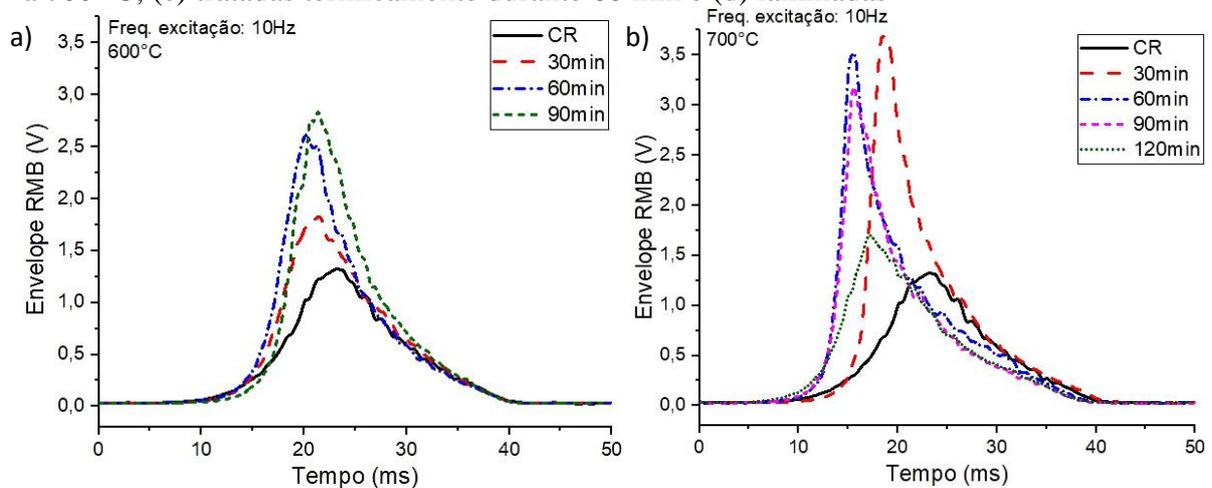
Para o tratamento realizado a 700 °C (b), observa-se um pico de RMB maior (3,69 V) na amostra com o menor tempo de tratamento (30 min). À medida que o tempo aumenta, o pico decresce, atingindo o  $RMB_{máx}$  de 1,70 V na amostra com 120 min de tratamento, não seguindo o comportamento apresentado pelas amostras tratadas a 600 °C. Esse efeito pode estar relacionado aos fenômenos de transformações microestruturais produzidos pela recuperação e recristalização dos grãos. Por um lado, a redução na densidade de discordâncias causada pelos processos de recuperação diminui o número de locais de fixação para as paredes de domínio, o que, assim como no tratamento anterior, reduz o campo magnético e torna o movimento das paredes de domínio mais livres. No entanto, durante a recristalização há o aumento da área de contornos de grão devido os novos grãos recristalizados, passando a ser a característica microestrutural predominante. Os contornos funcionam como uma barreira ao movimento das paredes de domínio, o que pode provocar a redução do sinal do RMB com o aumento gradativo do tempo de tratamento térmico.

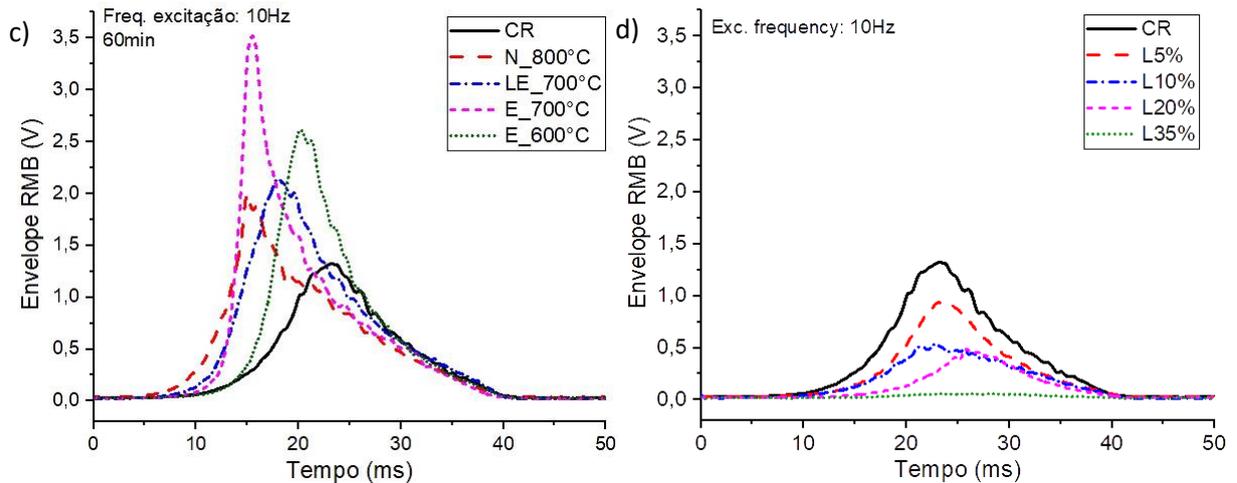
Nas amostras tratadas termicamente durante de 60 min (c) com variação da temperatura (600, 700 e 800 °C) e da condição inicial (como recebida ou laminada), percebe-se que a amplitude dos picos é superior à da amostra como recebida, assim como tendem a se deslocar para uma força de campo magnético mais baixa. A amostra tratada a 700 °C apresentou o maior  $RMB_{máx}$  (3,51 V) e o menor tempo para atingir a saturação (15,5 ms). No entanto, a amostra tratada a 700 °C que sofreu laminação prévia apresentou um pico mais baixo (2,14 V) e um menor deslocamento em relação ao tempo (18,0 ms), comparado à amostra anterior. Tal efeito é consequência do aumento da densidade de discordâncias provocado pela deformação, que não foram totalmente recuperadas durante o tratamento térmico, apesar da amostra apresentar uma microestrutura predominantemente esferoidizada. Portanto, essas discordâncias funcionam como fortes pontos de fixação das paredes de domínio, reduzindo o sinal. A amostra normalizada a 800 °C apresentou o menor  $RMB_{máx}$  (1,99 V) dentre as amostras tratadas. A microestrutura perlítica obtida possui a maior área de interface cementita-ferrita, que funcionam como barreira à movimentação das paredes de domínio. O tratamento realizado acima da temperatura de austenitização facilita os processos de recuperação e recristalização. Com o aumento da área de contornos de grão, o movimento dos domínios magnéticos é dificultado (GURRUCHAGA *et al.*, 2010).

Analisando os envelopes das amostras tratadas termicamente, é possível notar um crescimento de pico intenso e uma queda mais suave no sinal se comparado ao envelope da amostra CR. Esse comportamento está relacionado ao grau de irreversibilidade da magnetização do material sob o efeito de um campo magnético alternado. O crescimento intenso ocorre pela liberação repentina das paredes de domínio presas nos locais de fixação. A queda no entanto é suave, pois as paredes já estão livres para se movimentarem.

O campo de tensões atuante no material influencia diretamente no comportamento da curva do RMB. Durante a laminação a frio, a deformação por compressão é predominante na superfície do arame, região onde o sinal foi medido. As tensões compressivas favorecem o crescimento dos domínios magnéticos na direção perpendicular à tensão aplicada, o que produz uma queda na amplitude do sinal do RMB. Quanto maior a deformação aplicada no material, maior é o encruamento, que ocorre devido o aumento da densidade de discordâncias. Essas discordâncias se arranjam em emaranhados que funcionam como pontos de ancoragem que as paredes de domínio não conseguem ultrapassar. Tal efeito faz com que o sinal do RMB diminua. Esse comportamento pode ser observado na Figura 43 (d), onde a amostra como recebida possui o maior  $RMB_{max}$  (1,32 V), enquanto a amostra com o maior grau de redução aplicado (35%) apresentou o menor  $RMB_{max}$  (0,06 V) e o maior tempo para atingir a saturação magnética (28,5 ms). O alongamento das lamelas de cementita na microestrutura provocado por deformações mais intensas gera maior área de interface cementita-ferrita, as quais também funcionam como uma barreira à movimentação dos domínios magnéticos.

Figura 43 - Envelope do RMB nas seguintes condições: (a) Esferoidizadas a 600 °C, (b) tratadas a 700 °C, (c) tratadas termicamente durante 60 min e (d) laminadas

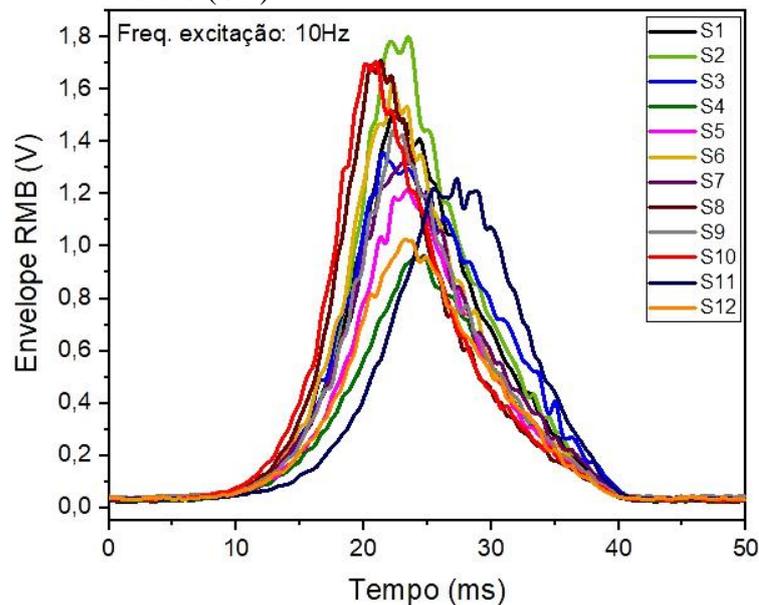




Fonte: Autor (2022)

É interessante observar que houve uma certa variação nos resultados do RMB medido nas 12 amostras como recebidas, todas tiradas do mesmo arame. Esse comportamento, apresentado na Figura 44, demonstra que o Ruído Magnético Barkhausen é muito sensível a qualquer variação, sofrendo influência da combinação de diversos fatores, como o acabamento e preparação superficial da amostra, o processamento prévio de fabricação que não é uniforme em todo o arame, a distribuição das tensões superficiais e dos defeitos cristalinos ao longo do material. A média e o desvio padrão (DP) dos parâmetros do RMB, como  $RMS_{RMB}$ , Energia do RMB,  $RMB_{máx}$  (amplitude de pico) e Posição de Pico das amostras como recebidas estão apresentadas na Tabela 10.

Figura 44 - Envelope do RMB das 12 amostras na condição Como Recebidas (CR)



Fonte: Autor (2022)

Tabela 10 - Média e Desvio Padrão (DP) dos parâmetros do RMB das amostras na condição Como Recebidas (CR)

	<b>RMS<sub>RMB</sub> (V)</b>	<b>Energia RMB (mV<sup>2</sup>s)</b>	<b>RMB<sub>máx</sub> (V)</b>	<b>Posição de Pico (ms)</b>
<b>Média</b>	0,445	3,55x10 <sup>7</sup>	1,411	23,0
<b>DP</b>	0,071	1,09x10 <sup>7</sup>	0,270	2,0

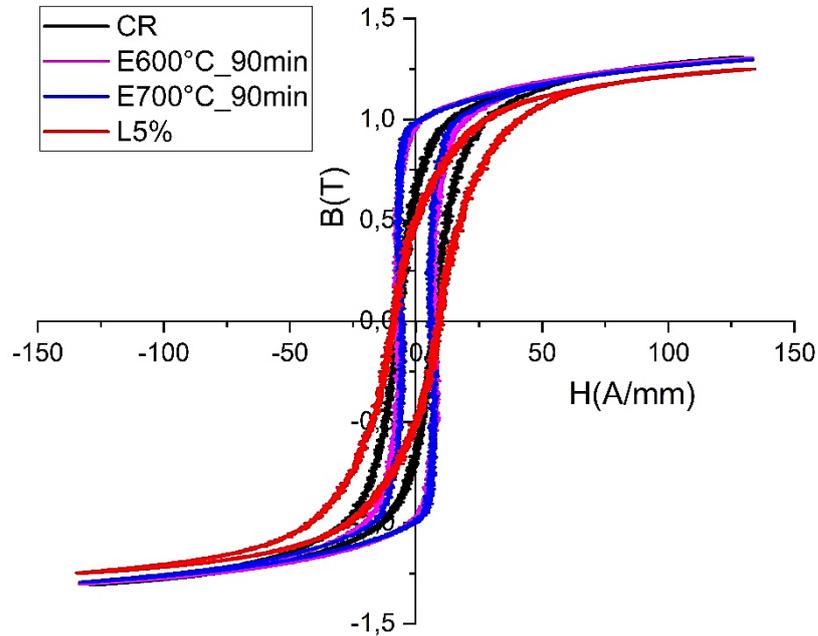
Fonte: Autor (2022)

### 6.2.2 Histerese Magnética

A curva de histerese (Figura 45) foi construída para as condições como recebida (CR), laminada com redução de 5% (L5%) e para duas amostras esferoidizadas durante 90 min nas temperaturas de 600 °C e 700 °C. Apesar das curvas não apresentarem uma diferença tão significativa, pode-se notar que o laço para as amostras tratadas termicamente possui um comportamento típico de materiais “moles”, onde a curva se apresenta mais delgada e com uma maior inclinação devido o material ser mais facilmente magnetizado e desmagnetizado. Este comportamento está em conformidade com a queda nos valores da dureza dessas amostras (Figura 51 (a) e (b)). A menor força coercitiva ( $H_c$ ) está relacionada com a redução das discontinuidades e defeitos cristalinos que diminuem durante a recuperação e recristalização no tratamento térmico.

A amostra laminada apresentou uma curva mais larga e com inclinação menor, ou seja, um crescimento na força coercitiva ( $H_c$ ) e no campo máximo ( $H_{max}$ ), e uma redução na indução de remanência ( $B_r$ ) e na indução máxima ( $B_{máx}$ ). Esse comportamento é típico de materiais mais duros, que sofreram tensões de compressão. Tal efeito está relacionado com o fenômeno do encruamento pela multiplicação das discordâncias e defeitos cristalinos, que aumentam consideravelmente durante a deformação plástica sofrida pelo material. Essa observação é consistente com os resultados de dureza encontrados na Figura 51 (d), que variou de 34,6 HRC (CR) para 34,9 HRC (L5%). Quando uma parede de domínio encontra um ponto de ancoragem no processo de magnetização, a energia requerida para se movimentar e tentar ultrapassá-lo aumenta. Portanto, a área dentro do laço representa essa perda de energia provocada pelos movimentos irreversíveis das paredes de domínio (VASHISTA; YUSUFZAI, 2018).

Figura 45 - Curvas de histerese para as amostras Como Recebidas (CR), esferoidizadas a 600 e 700 °C durante 90 min e laminada com redução de 5%



Fonte: Autor (2022)

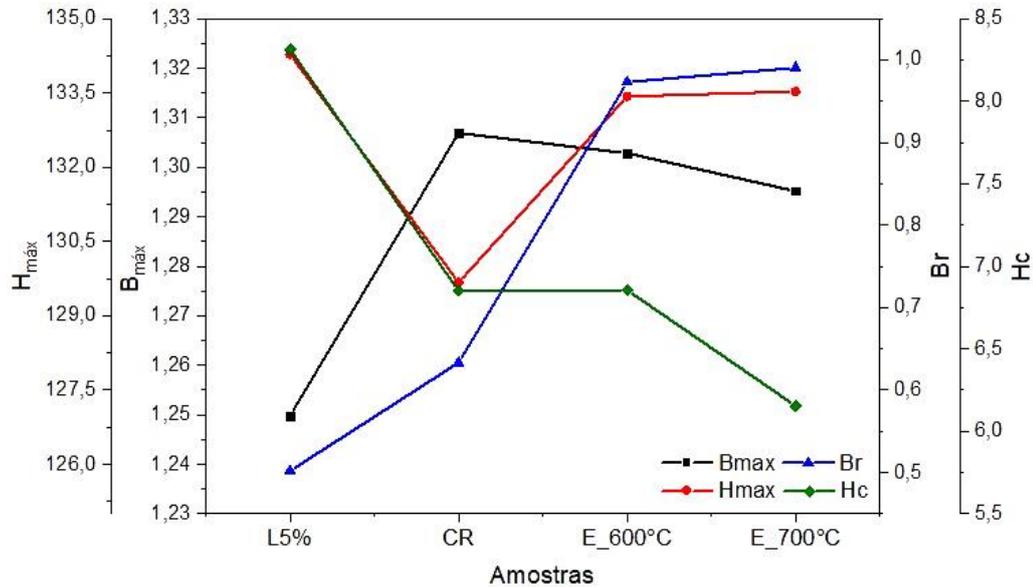
A Figura 46 apresenta a variação entre o campo magnético máximo aplicado externamente ( $H_{m\acute{a}x}$ ), indução máxima ( $B_{m\acute{a}x}$ ), campo coercitivo ( $H_c$ ) e indução de remanência ( $B_r$ ) nas amostras analisadas, enquanto a Tabela 11 expõe os dados quantitativos dos parâmetros extraídos das curvas de histerese. A inclinação da curva está relacionada com a permeabilidade magnética do material, sendo o seu valor máximo dado por:  $\mu_{max} = B/H$ . Pelos dados da Tabela, nota-se que a inclinação ( $\theta_{m\acute{a}x}$ ) do laço da amostra laminada é de fato a menor (82,31°). Além disso, a curva apresentou uma área interna de 38,3 kJ/m<sup>3</sup>, comprovando a maior dificuldade para se atingir a saturação magnética em materiais mais duros. Em contrapartida, a amostra tratada a 700 °C apresentou a maior inclinação (82,67°) e a menor área interna da curva (32,12 kJ/m<sup>3</sup>), atingindo a saturação com menor dispêndio de energia.

Tabela 11 - Dados quantitativos dos parâmetros de indução máxima ( $B_{m\acute{a}x}$ ), campo máximo ( $H_{m\acute{a}x}$ ), indução de remanência ( $B_r$ ), campo coercitivo ( $H_c$ ), inclinação ( $\theta$ ) e Area da curva

Amostras	$B_{m\acute{a}x}$ (T)	$H_{m\acute{a}x}$ (A/mm)	$B_r$ (T)	$H_c$ (A/mm)	$\theta$ (°)	Area (kJ/m <sup>3</sup> )
L5%	1,250	134,28	0,50	8,31	82,31	38,30
CR	1,307	129,67	0,63	6,85	82,57	34,36
E_600°C	1,303	133,43	0,97	6,85	82,62	32,27
E_700°C	1,295	133,53	0,99	6,15	82,67	32,12

Fonte: Autor (2022)

Figura 46 - Variação dos parâmetros de histerese do arame como recebido, tratado termicamente e laminado a frio



Fonte: Autor (2022)

### 6.2.3 Resistividade Elétrica

A resistividade elétrica ( $\rho$ ) indica o grau de dificuldade à passagem de um fluxo de corrente elétrica no material, sendo o inverso da condutividade elétrica ( $\sigma$ ). De acordo com Oliveira (2009), a resistividade elétrica é muito sensível à concentração de defeitos puntiformes, soluto em solução sólida, contornos de grão e defeitos cristalinos como as discordâncias. A Figura 47 apresenta os resultados da resistividade elétrica para as diferentes condições de tratamentos térmicos e deformações sofridas pelo material.

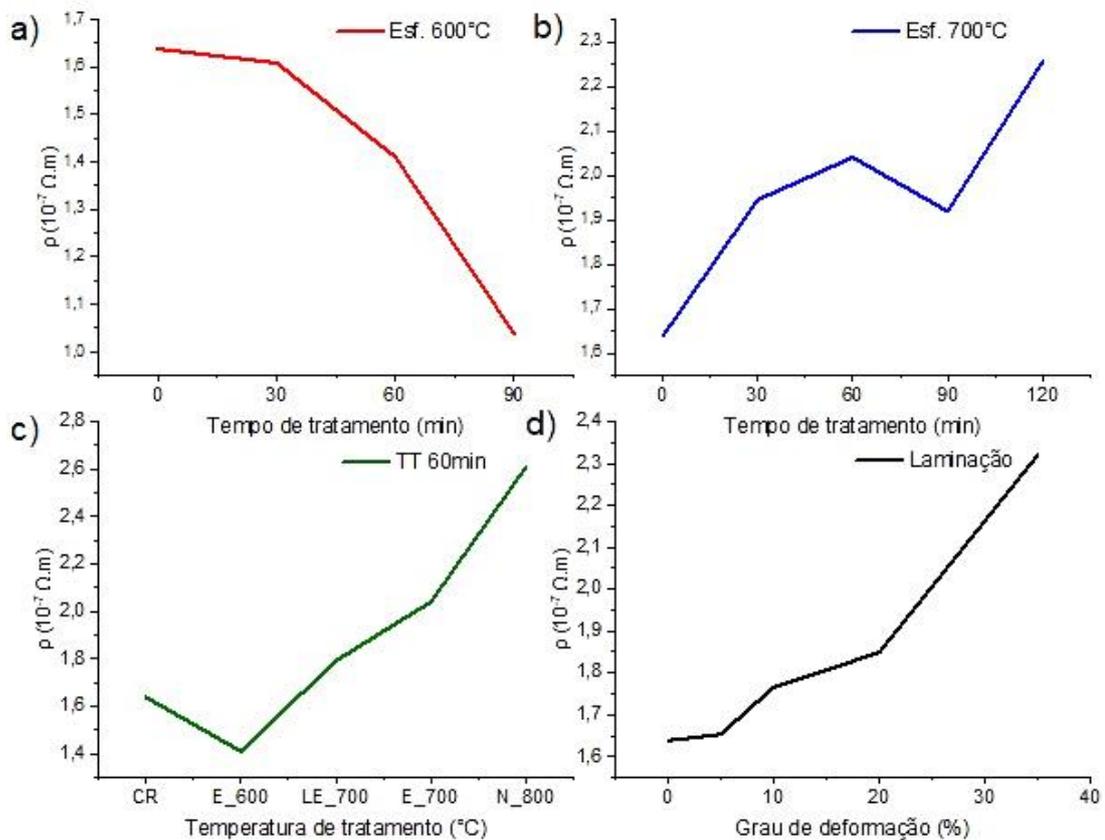
Para o tratamento a 600 °C (Figura 47 (a)), percebe-se um decréscimo da resistividade com o aumento do tempo de tratamento térmico. Tal comportamento pode estar relacionado com o crescimento do grau de esferoidização ou com a recuperação da microestrutura, que aumenta com o tempo. No entanto, no tratamento a 700 °C (b) a curva apresenta uma tendência ao crescimento da resistividade com o aumento do tempo. Esse comportamento contrário pode estar associado à multiplicação dos contornos de grão na recristalização, que funcionam como barreiras ao fluxo de elétrons livres, influenciando na condutividade daquele material.

Nos tratamentos realizados a 60 min (c), observa-se que apenas àquela na temperatura de 600 °C teve resistividade menor que a amostra como recebida. Porém, a tendência da curva é de que, com o aumento da temperatura, haja um crescimento da resistividade elétrica. É interessante notar que a amostra que sofreu laminação seguida de

tratamento térmico (LE\_700°C) possui resistividade de  $1,79 \times 10^{-7} \Omega.m$ , menor que a amostra que não foi deformada antes do tratamento à mesma temperatura (E\_700°C), a qual possui resistividade de  $2,04 \times 10^{-7} \Omega.m$ . Devido a deformação plástica sofrida na laminação, a amostra LE possui maior densidade de discordâncias, o que deveria aumentar a resistividade elétrica. Porém, durante o tratamento térmico, houve um gasto maior da energia de deformação no processo de recuperação, enquanto que, na amostra que não foi previamente laminada, a energia foi gasta no processo de recristalização, aumentando a área de contornos de grão. Como já mencionado, esses contornos podem funcionar como agentes redutores do fluxo elétrico, diminuindo a condutividade elétrica do metal.

A Figura 47 (d) reitera o que já foi mencionado anteriormente, onde a curva de resistividade elétrica apresenta um crescimento à medida que a deformação por laminação aumenta. Esse efeito está associado ao acúmulo das discordâncias, defeitos cristalinos e macro e microdeformações provocadas pelas cargas atuantes na laminação a frio.

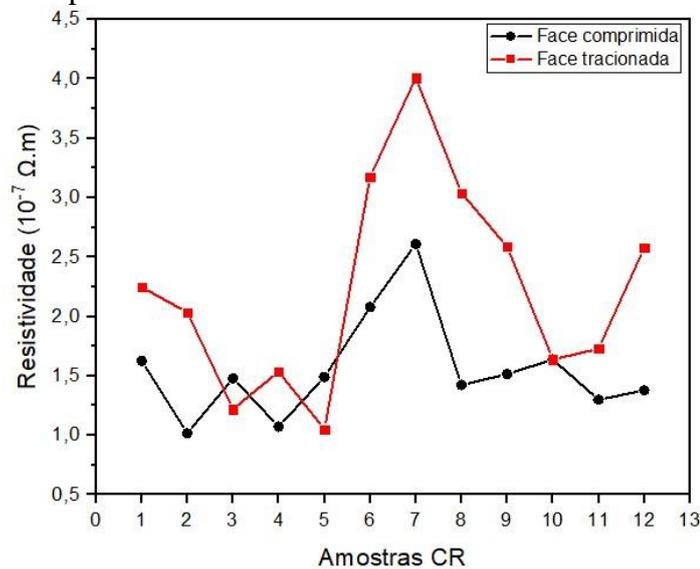
Figura 47 - Comportamento da Resistividade elétrica ( $\rho$ ) nas seguintes condições: (a) esferoidizadas a 600 °C, (b) tratadas a 700 °C, (c) tratadas termicamente durante 60 min e (d) laminadas



Fonte: Autor (2022)

Assim como no RMB, a resistividade elétrica foi medida nas 12 amostras como recebidas (Figura 48). O arame em estudo era não torcido, porém observou-se uma curvatura suave em algumas amostras, devido a não uniformidade de fabricação ou do armazenamento do arame em rolos. Devido a isso, a resistividade foi medida nas duas faces, sendo a face 1 denominada de comprimida e a face 2, tracionada. O que se observa é uma tendência a maiores valores de resistividade na face tracionada em relação a face comprimida, mostrando que há uma dependência desse parâmetro com o estado de tensões do material.

Figura 48 - Variação da Resistividade elétrica nas amostras como recebidas (CR) nas faces tracionada e comprimida



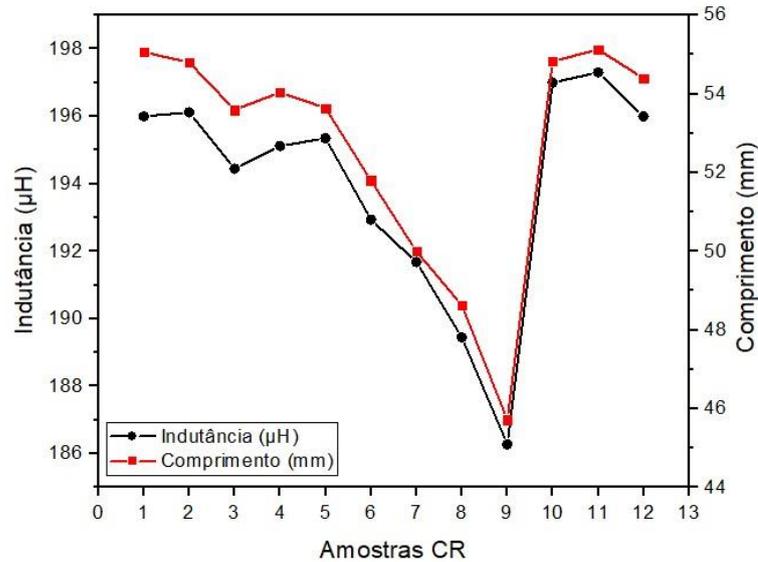
Fonte: Autor (2022)

#### 6.2.4 Indutância

A Figura 49 apresenta a relação entre o comprimento das 12 amostras CR e seus respectivos valores de indutância, em microhenry ( $\mu H$ ). Devido essa dispersão da indutância dependente do tamanho da amostra, os resultados foram corrigidos, sendo apresentados na Figura 50 como a diferença percentual de cada medida de indutância após o processamento ( $L_F$ ) pela sua respectiva amostra como recebida ( $L_{CR}$ ), conforme a Equação 16:

$$L (\% \mu H) = \frac{L_{F(i)} - L_{CR(i)}}{L_{CR(i)}} * 100 \quad (16)$$

Figura 49 - Relação entre a Indutância e o comprimento das amostras como recebidas (CR)



Fonte: Autor (2022)

A indutância ( $L$ ) pode ser dada pela relação entre a permeabilidade magnética ( $\mu$ ) e as características geométricas do solenóide (Equação 17):

$$L = \frac{\mu N^2 A}{l} \quad (17)$$

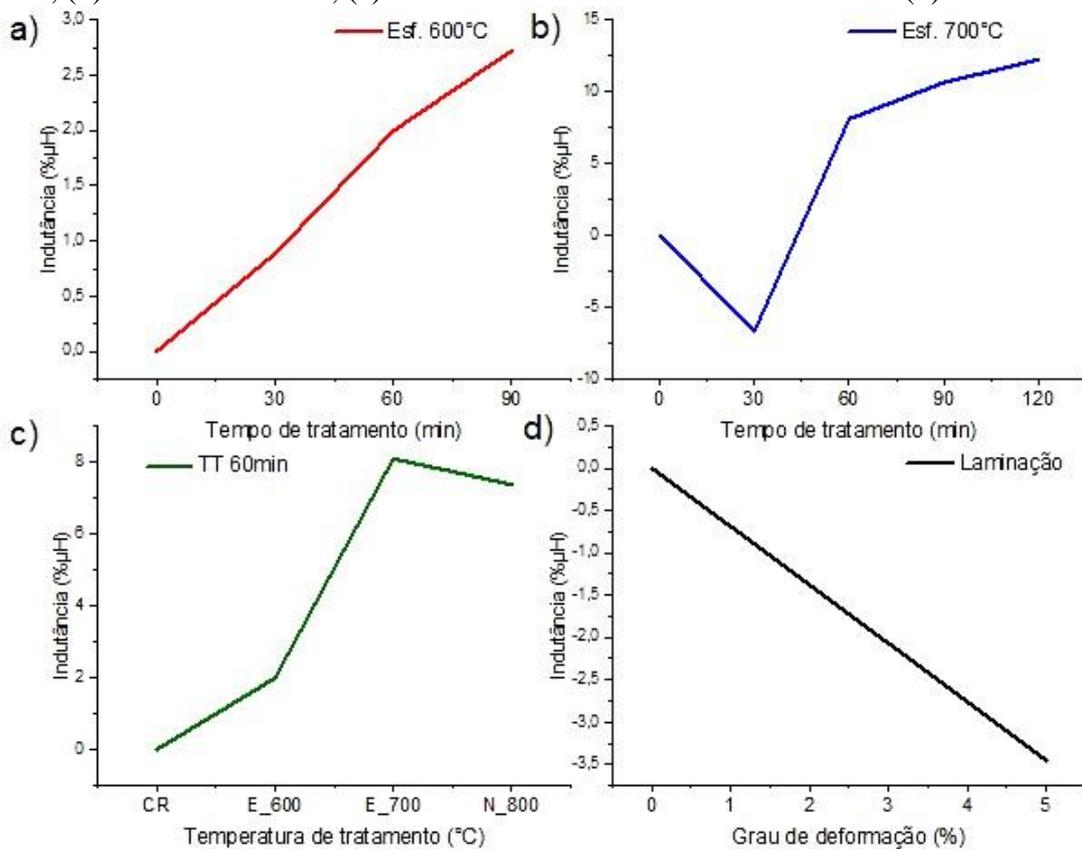
onde  $N$  é o número de espiras da bobina,  $A$  é a área da seção transversal e  $l$  é o comprimento da bobina (BUENO; ASSIS, 2015). A permeabilidade magnética é dada pela razão entre a densidade de fluxo magnético ( $B$ ) e a intensidade do campo magnético externo ( $H$ ):  $\mu = B/H$ .

Durante as medições de indutância, as características da bobina não mudam, portanto, a diferença nos resultados está relacionada com a permeabilidade magnética. Quanto maior a permeabilidade, mais facilmente os materiais ferromagnéticos são magnetizados, devido ao movimento dos átomos, que giram e se alinham com as linhas de força do campo magnético.

Observando o comportamento das curvas mostradas na Figura 50, percebe-se uma tendência ao crescimento da indutância com o tempo ((a) e (b)) e também com a temperatura (c) de tratamento térmico. Por outro lado, a curva da laminação (d) apresenta um comportamento contrário, onde a indutância decresce com a deformação. Para as amostras laminadas, a indutância foi medida apenas naquela submetida a redução de 5% (L5%). As outras amostras deformaram o suficiente para que suas dimensões não fossem mais adequadas ao tamanho da bobina construída.

Pela definição de permeabilidade ( $\mu$ ), pode-se perceber uma relação com os parâmetros da Histerese magnética e Indutância. Nas amostras tratadas termicamente, a indução de remanência ( $B_r$ ) cresce, enquanto o campo coercitivo diminui ( $H_c$ ), fazendo com que a permeabilidade e, conseqüentemente, a indutância aumentem. Na amostra laminada acontece o oposto, o  $B_r$  diminui e o  $H_c$  cresce, diminuindo a permeabilidade e a indutância. Tal comportamento mostra que a indutância também é sensível à presença de defeitos cristalinos e às variações microestruturais consequentes das deformações e tratamentos térmicos.

Figura 50 - Comportamento da Indutância nas condições: (a) esferoidizadas a 600 °C, (b) tratadas a 700 °C, (c) tratadas termicamente durante 60 min e (d) laminadas



Fonte: Autor (2022)

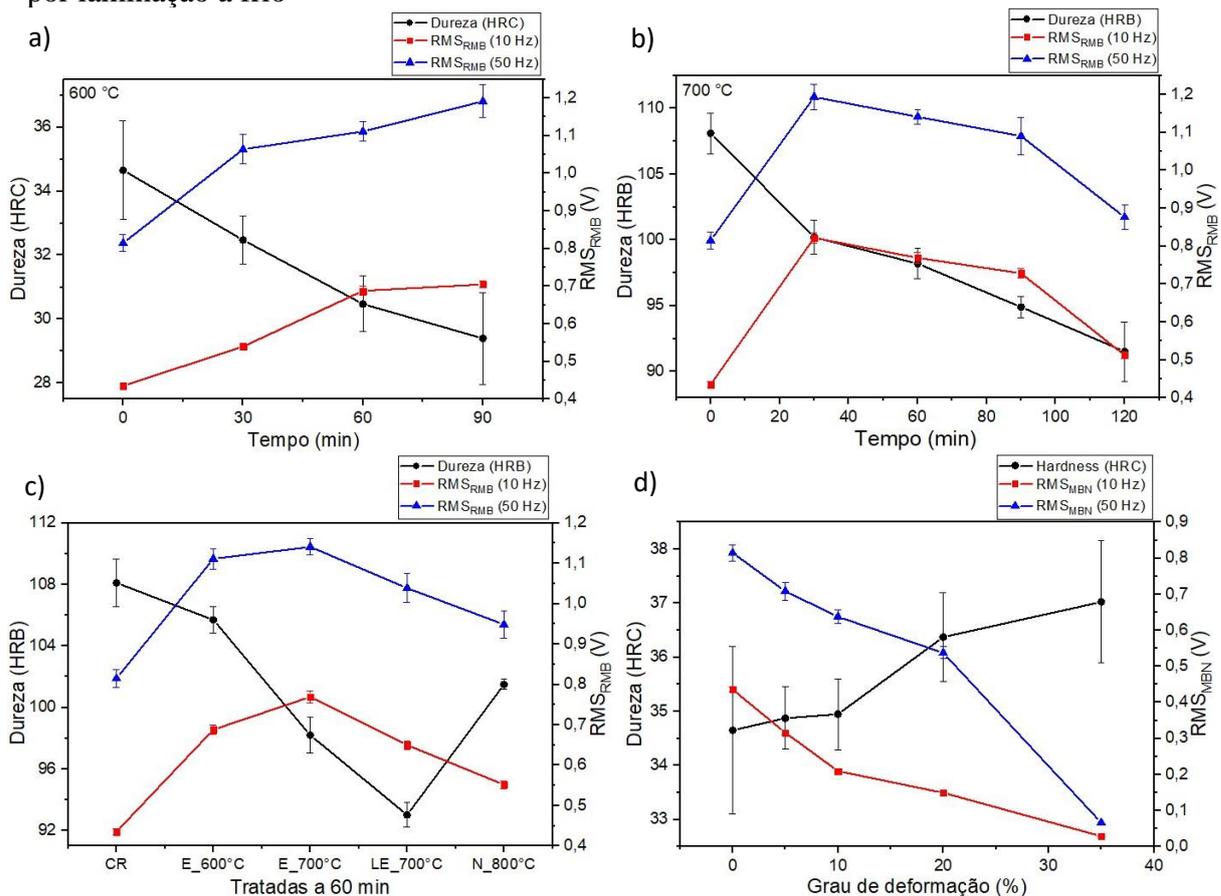
## 6.3 Propriedades Mecânicas

### 6.3.1 Ensaio de dureza

A dureza foi medida para avaliar o efeito da temperatura e do tempo de tratamento térmico, bem como da laminação a frio nas alterações das propriedades mecânicas e relacioná-la com as alterações microestruturais e comportamento magnético.

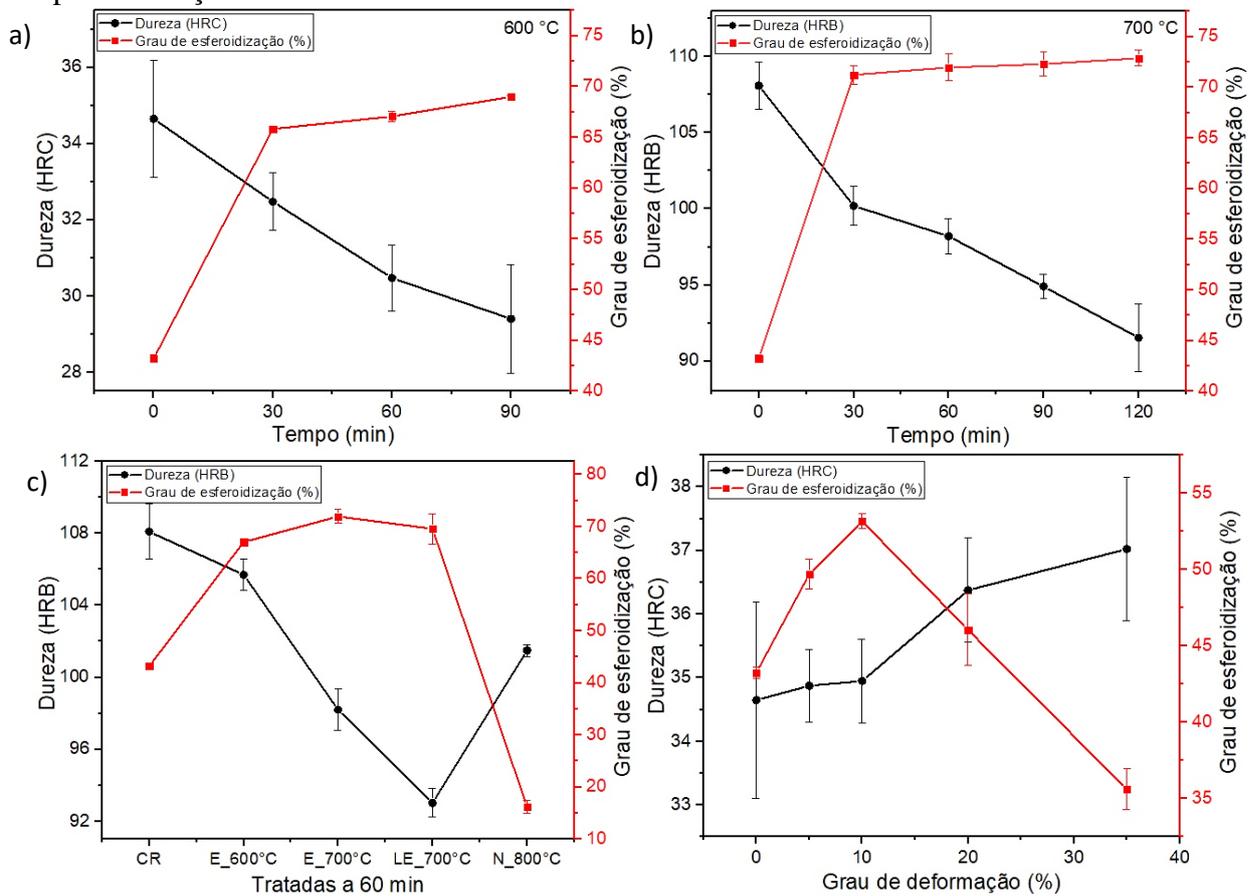
Boa parte das amostras tratadas termicamente apresentaram dureza inferior a 20 HRC, sendo necessário realizar as medições dessas amostras na escala HRB, de acordo com a norma ABNT ISO 6508-1:2019. A Figura 51 apresenta os gráficos que relacionam a evolução do parâmetro do  $RMS_{RMB}$  à dureza medida em cada amostra processada. As frequências de excitação de 10 e 50 Hz foram avaliadas, e percebe-se que o comportamento do RMS de ambas é semelhante, sendo maior para 50 Hz devido os valores da voltagem medidos serem superiores. Na Figura 52, a dureza também foi relacionada com o grau de esferoidização apresentado pela microestrutura de cada condição. No geral, se observa que os resultados têm uma tendência inversamente proporcional, ou seja, a diminuição da dureza é seguida pelo aumento do RMS e do grau de esferoidização, salvo algumas exceções.

Figura 51 - Relação entre a dureza e o parâmetro magnético  $RMS_{RMB}$  com os tratamentos térmicos a (a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) tratados a 60 min, e com a (d) evolução da deformação por laminação a frio



Fonte: Autor (2022)

Figura 52 - Relação entre a dureza e o grau de esferoidização (%) com os tratamentos térmicos a (a) 600 °C, (b) 700 °C, (c) tratados a 60 min, e com a (d) evolução da deformação por laminação a frio



Fonte: Autor (2022)

Nas amostras tratadas a 600 °C (a) observa-se que, com o aumento do tempo de tratamento há a diminuição da dureza, indicando que houve uma redução contínua da densidade de defeitos cristalinos. Para o tratamento de 90 min obteve-se uma redução de 15% na dureza HRC. O aumento do  $RMS_{RMB}$  está relacionado com a redução dos pontos de ancoragem das paredes de domínio, que ocorre como consequência da recuperação e do aumento do grau de esferoidização da microestrutura. O fenômeno da esferoidização resulta em um maior caminho livre para a movimentação das discordâncias na estrutura do material, tornando-o menos resistente com relação a deformação.

Com o aumento da temperatura de tratamento térmico para 700 °C (b), houve uma redução ainda mais considerável da dureza (25% para 90 min de tratamento termico), indicando uma recuperação e dissolução das discordâncias de forma mais acentuadas. O crescimento do grau de esferoidização relaciona-se com a maior energia disponível para as mudanças morfológicas que favorecem o aumento da ductilidade das amostras tratadas. Já o parâmetro  $RMS_{RMB}$  teve um pico de aumento e uma redução progressiva à medida que o tempo de

tratamento cresce. Esse efeito pode estar relacionado com o início da recristalização, que faz com que haja uma inversão no comportamento do  $RMS_{RMB}$  devido a multiplicação dos contornos de grão que funcionam como barreira ao movimento das paredes de domínio.

Nos gráficos (c) das Figuras 50 e 51, percebe-se que a amostra que sofreu laminação seguida de tratamento à 700 °C foi a que apresentou a menor dureza (93,0 HRB) dentre as amostras tratadas a 60 min. Porém, também houve uma queda no RMS, apesar do grau de esferoidização ter se mantido elevado. Estudos feitos por Rocha e Oliveira (2000) mostraram que a aplicação de uma deformação a frio anterior ao recozimento pode acelerar o processo de esferoidização, uma vez que novos locais de maior difusividade são inseridos na rede cristalina, tais como discordâncias, contornos de subgrãos e partículas de cementita que surgiram pela quebra da perlita lamelar. Este efeito pode estar relacionado com a redução da dureza. No entanto, a multiplicação de defeitos provocada na deformação faz surgir novos pontos de ancoragem ao movimento dos domínios magnéticos, induzindo à redução do sinal. A dureza voltou a crescer na amostra normalizada a 800 °C (101,5 HRB) e o RMS continuou diminuindo, enquanto o grau de esferoidização apresentou uma queda brusca. Esse comportamento condiz com a microestrutura perlítica obtida e com o processo de recristalização citado anteriormente.

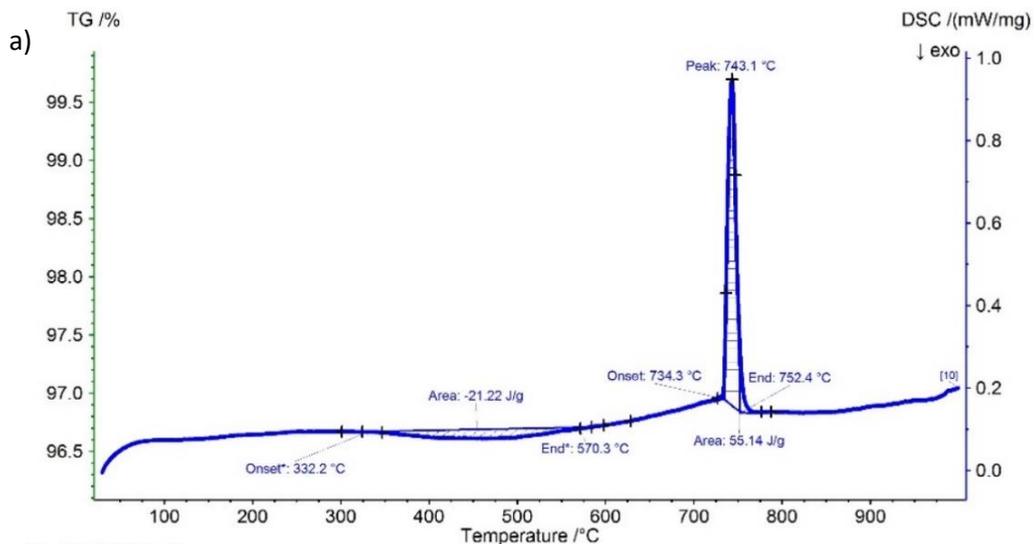
Nas amostras laminadas (d), houve um aumento da dureza com o grau de deformação aplicado. Esse endurecimento é atribuído à multiplicação das discordâncias e à maior dificuldade na mobilidade destas, o que proporciona um crescimento na resistência do material, associado ao encruamento. A alta dispersão da dureza se dá devido a deformação não ocorrer de maneira uniforme em todo o arame na laminação, produzindo campos de tensões diferentes entre as regiões do centro e da borda (MASSÉ *et al.*, 2011). Para a amostra laminada com redução de 35%, o aumento da dureza foi de 6,85% em relação à amostra como recebida, mas para baixas deformações o crescimento não foi expressivo, sendo apenas 0,86% para a amostra com redução de 10%. O grau de esferoidização (Figura 52 (d)) apresentou um pico máximo na amostra L10%, passando a cair para deformações mais intensas. Conforme foi visto na análise microestrutural, em baixas deformações predomina a quebra inicial das lamelas de cementita se comparado ao efeito da redução do espaçamento interlamelar. Portanto, não ocorre um impedimento expressivo ao movimento das discordâncias que tendem a se acumular nas interfaces ferrita/cementita. A diminuição do RMS (Figura 51 (d)) se dá pela redução da mobilidade das paredes de domínio provocada pela multiplicação dos defeitos e discordâncias e pelo aumento da área de interface cementita/ferrita.

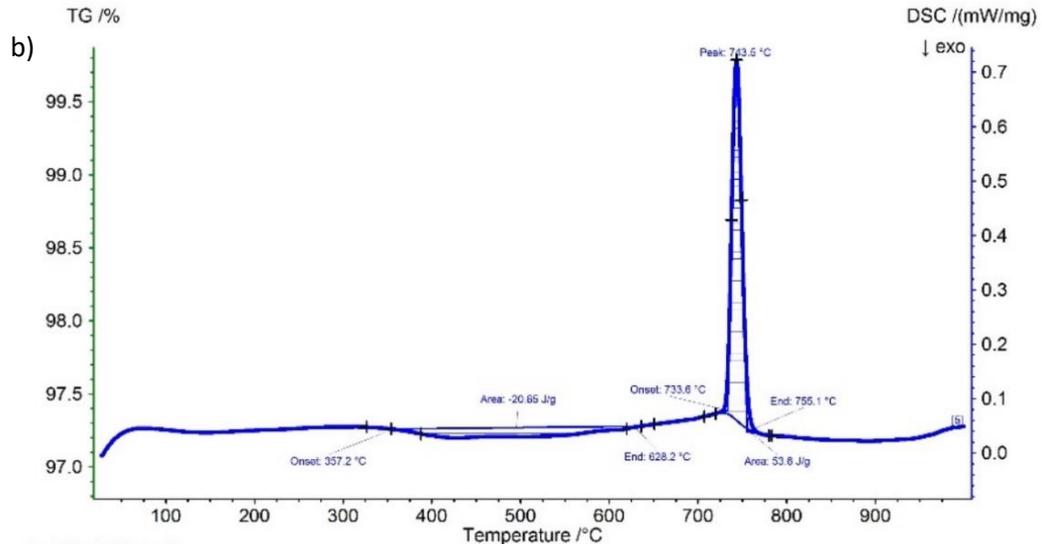
## 6.4 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Os ensaios de Differential Scanning Calorimetry (DSC) ou Calorimetria Exploratória Diferencial foram realizados nas amostras como recebida, tratadas termicamente durante 60 min com variação da temperatura (600, 700 e 800 °C) e da condição inicial da amostra (como recebida ou laminada), e laminadas com redução de 10 e 35%. Com o objetivo de verificar se as transformações ocorrem de maneira homogênea ou não, as análises foram feitas nas regiões próximas ao centro e à extremidade da seção transversal do arame. Os testes permitiram identificar as faixas de temperatura de ocorrência dos fenômenos de maior interesse no material.

A Figura 53 apresenta as curvas DSC do aço em questão para a condição CR nas posições do centro (a) e extremidade (b). É possível observar que existe uma região exotérmica a temperaturas mais baixas, no intervalo de 320 °C a 688 °C (Tabela 12 (b)), e um pico endotérmico em temperaturas mais altas, na faixa de 733 °C a 760 °C (Tabela 12 (a)) nas curvas para todas as condições analisadas.

Figura 53 - Curva DSC para a amostra CR nas posições do (a) centro e (b) extremidade

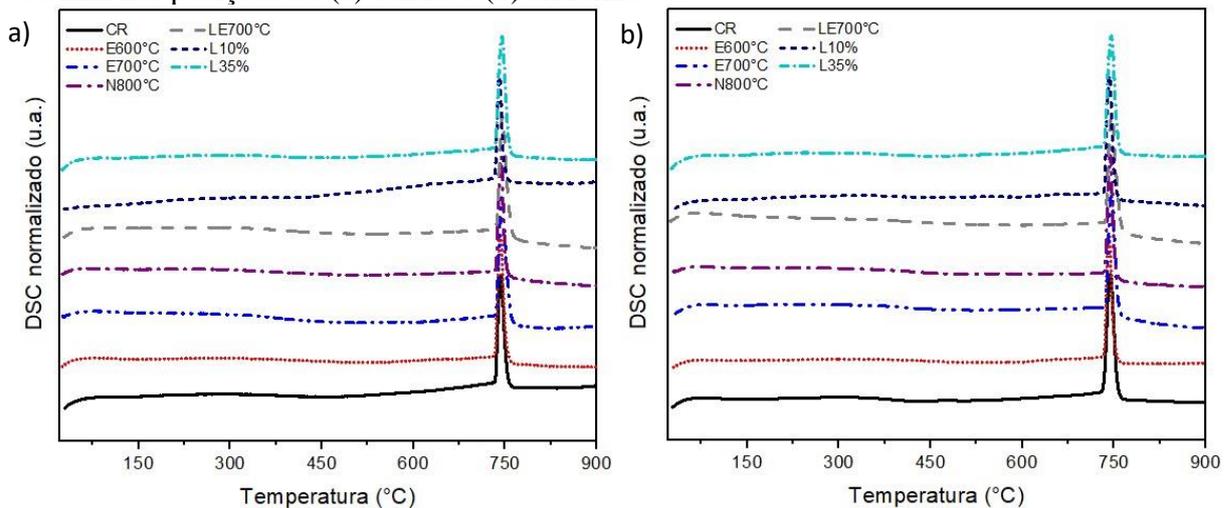




Fonte: Autor (2022)

Na Figura 54 pode-se observar o comparativo das curvas DSC nas diferentes condições de tratamento térmico e de laminação. É possível constatar a semelhança entre os picos e as temperaturas das reações. Porém, a primeira reação ficou quase imperceptível devido a plotagem em escala reduzida das curvas. Devido a isso, cada reação foi apresentada em destaque na Figura 55.

Figura 54 - Comparação entre as curvas DSC nas condições Como Recebido (CR), laminadas (10 e 35%) e sob diferentes temperaturas de tratamento térmico (600, 700 e 800 °C) durante 60 min nas posições do (a) centro e (b) extremidade



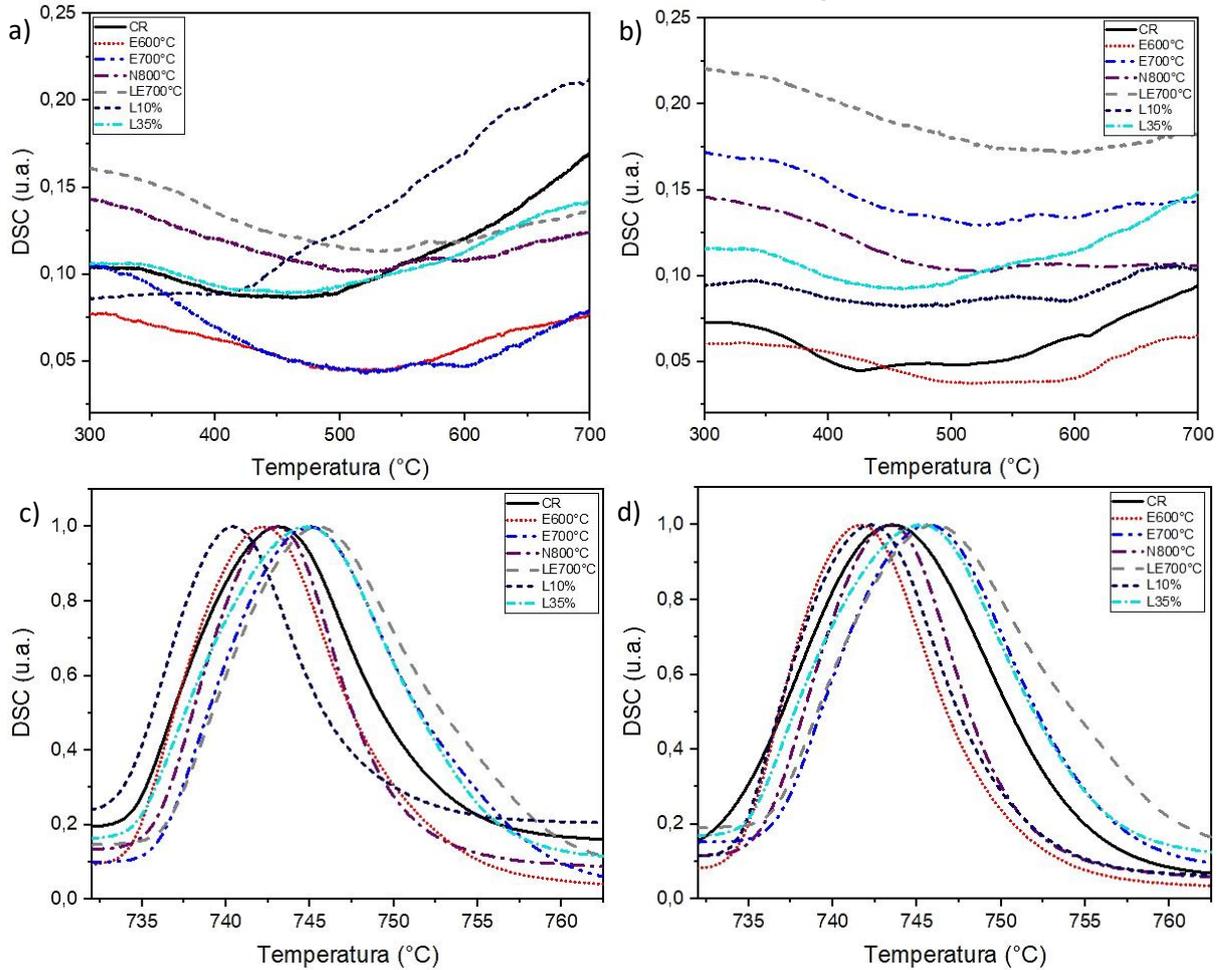
Fonte: Autor (2022)

De acordo com Nath *et al.* (1994), a reação endotérmica corresponde a transformação de fase da ferrita ( $\alpha$ ) em austenita ( $\gamma$ ), incluindo a nucleação e crescimento da austenita. Já a reação exotérmica é influenciada por alterações na microestrutura. A ampla faixa de temperatura do pico exotérmico pode resultar da esferoidização da cementita presente no aço perlítico (FANG *et al.*, 2012), com consequente minimização da energia superficial que ocorre pelas mudanças morfológicas; da dissolução das discordâncias pelo processo de recuperação dos defeitos (BORCHERS *et al.*, 2014); ou ainda pela recristalização de novos grãos, havendo redução da energia interna acumulada como consequência da deformação a frio previamente realizada.

Observando a Figura 55 (a) e (b) não é possível notar um padrão de comportamento entre as curvas da reação exotérmica, já que vários fatores podem estar envolvidos, como as transformações morfológicas da microestrutura, a recuperação e a recristalização. Nos picos referentes à reação endotérmica (c) e (d), nota-se uma tendência ao deslocamento dos picos das amostras esferoidizada a 600 °C, normalizada a 800 °C e laminada com redução de 10% para temperaturas mais baixas. Já os picos das amostras esferoidizada a 700 °C, laminada e esferoidizada a 700 °C e laminada com redução de 35% apresentam um deslocamento para temperaturas mais altas. A reação de transformação austenítica tende a produzir picos com maior largura na região da extremidade do arame.

As temperaturas de início, de pico e de fim, além da energia absorvida na reação endotérmica (a) e perdida na reação exotérmica (b) nas regiões entre a curva e a linha de base estão detalhadas na Tabela 12.

Figura 55 - Reação exotérmica nas posições do (a) centro e (b) extremidade, e reação endotérmica nas posições do (c) centro e (d) extremidade da seção transversal



Fonte: Autor (2022)

Tabela 12 - Temperaturas de início, pico e fim, além da (a) energia absorvida na reação endotérmica e (b) energia perdida na reação exotérmica das curvas DSC

a) Amostras (TT 60min)	Centro				Extremidade			
	Onset (°C)	Peak (°C)	End (°C)	Energy (J/g)	Onset (°C)	Peak (°C)	End (°C)	Energy (J/g)
CR	734,3	743,1	752,4	55,14	733,6	743,5	755,1	53,60
E600°C	734,3	742,2	751,2	58,2	734,5	741,6	750,4	57,19
LE700°C	736,2	745,6	757,8	57,66	736,3	746,2	759,6	53,10
E700°C	735,8	745,1	756,7	51,89	736,5	745,6	756,3	53,34
N800°C	735,7	743,1	750,4	54,41	735,7	743,4	751,1	53,09
L10%	734,0	740,6	751,0	55,34	734,3	742,2	755,3	56,3
L35%	734,5	744,8	759,9	51,5	734,8	745,4	760,0	47,2

b) Amostras (TT 60min)	Centro			Extremidade		
	Onset (°C)	End (°C)	Energy (J/g)	Onset (°C)	End (°C)	Energy (J/g)
<b>CR</b>	332,2	570,3	-21,22	357,2	628,2	-20,65
<b>E600°C</b>	354,5	619,3	-20,62	384,2	625,2	-15,69
<b>LE700°C</b>	346,5	627,9	-22,03	368,8	674,9	-17,8
<b>E700°C</b>	337,9	643,2	-26,58	378,8	657,2	-18,59
<b>N800°C</b>	320,9	603,6	-21,40	383,6	687,8	-18,60
<b>L10%</b>	306,0	613,9	-44,04	335,4	660,1	-21,37
<b>L35%</b>	341,1	600,3	-20,38	329,9	641,8	-23,41

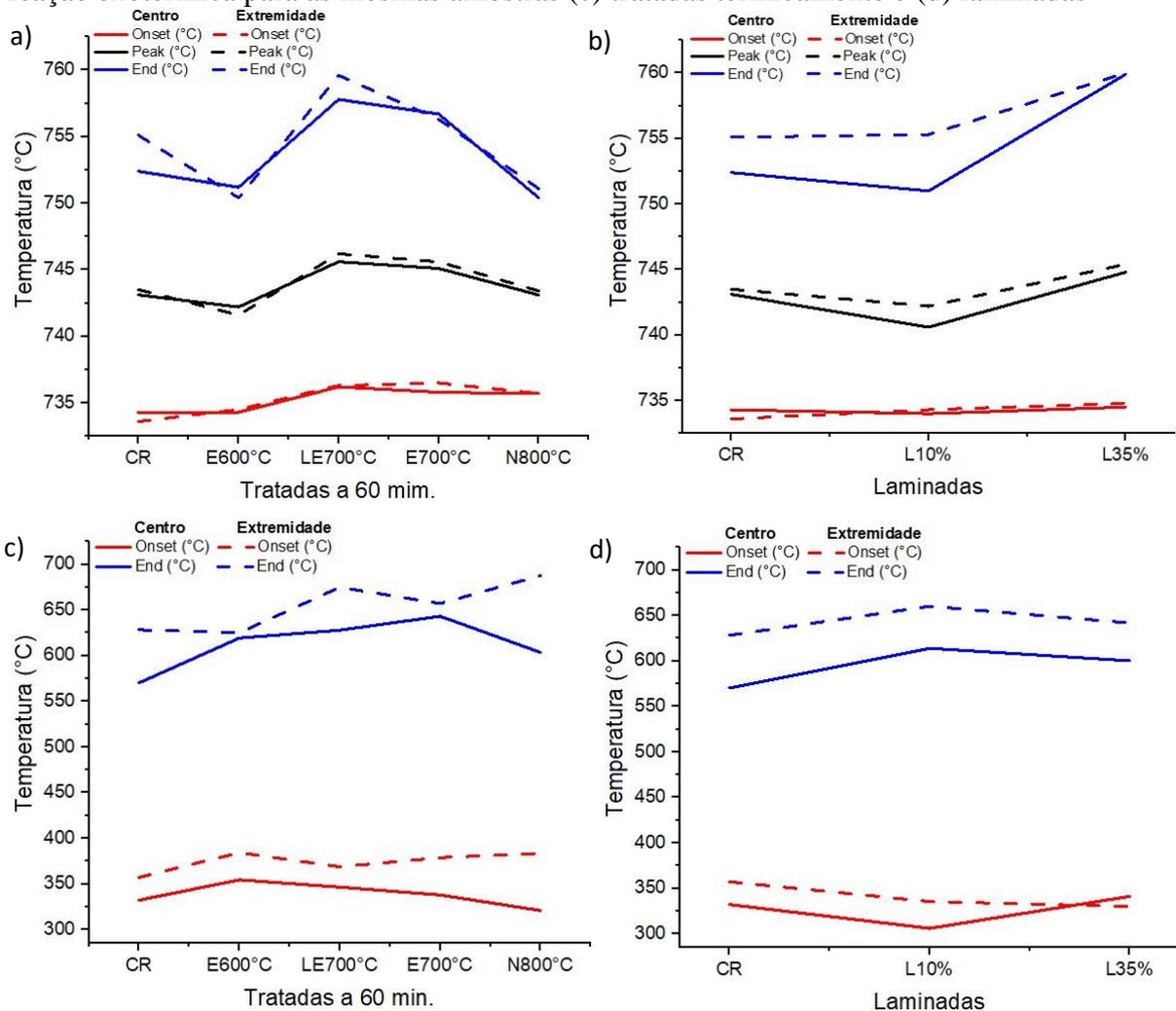
Fonte: Autor (2022)

Analisando os gráficos da Figura 56 (a) e a Tabela 12 (a), percebe-se que a amostra que sofreu laminação seguida de tratamento térmico (LE700°C) apresentou as maiores temperaturas de início, pico e fim, tanto para a região do centro como da extremidade no processo endotérmico de transformação de fase. Isso mostra que a existência de um processo prévio de deformação no material retarda a transformação de fase austenítica, sendo necessário maiores temperaturas. Já a amostra tratada a 600 °C apresentou os menores valores de temperatura, mostrando que, para um material com microestrutura inicialmente esferoidizada, a transformação de fase é facilitada, ocorrendo a temperaturas menores.

No gráfico da Figura 56 (b) nota-se que para a deformação de 10% há uma redução nas temperaturas de início, pico e fim da reação endotérmica nas duas posições em análise. Tal efeito é semelhante ao que ocorre na amostra esferoidizada a 600 °C, pois nesta taxa de deformação as lamelas foram quebradas, particularizando os carbonetos na matriz, o que facilitou a transformação de fase. Na amostra com 35% de deformação houve um crescimento das temperaturas da reação. Altas taxas de laminação conferem ao material maior encruamento e, conseqüentemente, maior energia retida em sua microestrutura deformada. Isso indica que será necessária uma temperatura relativamente maior para iniciar o processo de reação em comparação com um material menos encruado.

Nos processos exotérmicos (Figura 56 (c) e (d)) não se observa um padrão de comportamento nas temperaturas da reação como no processo endotérmico, porém há um leve aumento nas temperaturas de início e fim da reação na extremidade, em comparação com o centro.

Figura 56 - Temperaturas de início, pico e fim da reação endotérmica no centro e extremidade das amostras (a) tratadas termicamente durante 60 min e (b) laminadas, e na reação exotérmica para as mesmas amostras (c) tratadas termicamente e (d) laminadas



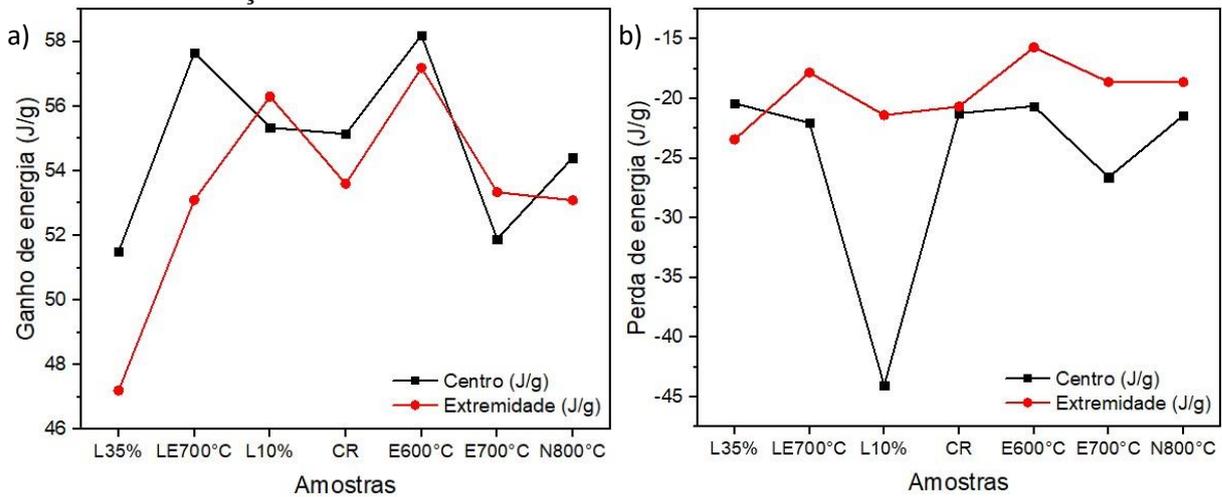
Fonte: Autor (2022)

Nos gráficos da Figura 57 é possível observar o comportamento da área (entalpia) de ganho (a) e de perda (b) de energia do centro em relação à extremidade de todas as amostras. Percebe-se que na extremidade a quantidade de energia requerida para a reação de transformação de fase é menor. Há também uma menor perda de energia na reação exotérmica nessa região, provavelmente associada aos fenômenos de recuperação e recristalização, que ocorrem como consequência da diminuição da energia interna por um processo difusional exotérmico (LOW, 2000). Esse comportamento pode estar relacionado com o estado de tensões e de transformações não homogêneo do arame.

As amostras laminadas aparentam necessitar de uma menor quantidade de energia no processo de transformação de fase se comparado ao arame como recebido. Alguns estudos (PANDI; YUE, 1994; LUO *et al.*, 2004) mostraram que a aplicação de deformação plástica a

frio leva à redução da fração de ferrita presente, o que sugere a ocorrência de uma transformação da ferrita em austenita induzida por deformação. Portanto, a fração de austenita a ser transformada torna-se menor, reduzindo a quantidade de energia na reação endotérmica.

Figura 57 - Comparação entre a área de (a) ganho e de (b) perda de energia no centro e extremidade da seção transversal



Fonte: Autor (2022)

De acordo com as informações obtidas por meio das curvas DSC, pode-se concluir que apenas na amostra tratada a 800 °C houve transformação de fase austenítica, a qual se completa a uma temperatura máxima de 760 °C (Tabela 12 (a)). Já a reação exotérmica ocorre completamente em todos os tratamentos térmicos analisados, exceto na esferoidização a 600 °C, pois a reação se completa em uma faixa de temperatura que varia de 570,3 a 687,8 °C (Tabela 12 (b)). Portanto os processos de recuperação e recristalização podem ter ocorrido de forma mais efetiva nas amostras tratadas a 700 e 800 °C.

## 7 CONCLUSÕES

A partir dos resultados que foram obtidos e analisados no presente trabalho, é possível destacar as seguintes conclusões:

A variação da temperatura de tratamento térmico é mais eficiente para se obter um grau de esferoidização mais elevado do que a variação do tempo, como é comum em processos difusionais. As partículas de cementita apresentaram um crescimento contínuo tanto para o aumento do tempo quanto da temperatura de tratamento.

O campo de tensões desenvolvido durante a laminação é heterogêneo. Na região central, as partículas se apresentam mais alongadas devido a predominância das tensões compressivas. Na região próxima às bordas do arame, a presença das tensões trativas provoca uma mudança morfológica menos significativa nas partículas.

Para baixas deformações por laminação a frio (5 e 10%), ocorre uma redução do tamanho das partículas devido a quebra da cementita com orientação desfavorável à direção de laminação, podendo apresentar comportamento semelhante ao do material no início da esferoidização. A laminação provoca aumento da resistência mecânica apenas quando é aplicado um grau de deformação mínimo suficiente para produzir o alongamento das lamelas, a redução do espaçamento interlamelar e o acúmulo das discordâncias nos contornos de grão e nas interfaces ferrita-cementita.

Observando a amostra laminada com 35% de redução seguida de tratamento à 700 °C nota-se que, dependendo do grau de deformação aplicado, um processo de laminação prévio pode facilitar a esferoidização da microestrutura no tratamento térmico.

As análises de DRX e dureza Rockwell (HRB e HRC) confirmam o aumento da densidade de discordâncias e de distorções com o crescimento da deformação, o que gera o endurecimento por encruamento. Por outro lado, o aumento da temperatura de tratamento térmico reduz a resistência mecânica, mas aumenta consideravelmente a ductilidade do material como consequência da dissolução dos defeitos e discordâncias.

Os experimentos de DSC evidenciam a presença dos processos de recuperação e recristalização para as amostras tratadas a 700 e 800 °C, que interferem nos sinais obtidos pelo Ruído de Barkhausen devido a redução de defeitos cristalinos e o aumento da área de contornos de grão.

A variação da frequência de excitação do RMB entre 10 e 50 Hz mostrou que quanto maior a frequência, mais interferências surgem no sinal do RMB e mais superficial se

torna a medição. A sensibilidade do sinal é maior quando aplicadas baixas frequências de excitação.

A redução da área superficial da cementita na esferoidização produz um sinal de RMB com maior amplitude de pico e menor campo magnético para atingir a saturação devido a redução dos locais de fixação das paredes de domínio. Nos tratamentos que produzem microestrutura perlítica e favorecem a recristalização, há uma diminuição da amplitude do pico, comparado aos tratamentos de esferoidização. A laminação provoca significativa redução da amplitude do sinal e aumento da força do campo magnético para atingir a saturação. Tal comportamento é justificado pela multiplicação dos defeitos e discordâncias no encruamento, além do aumento da área de interface cementita-ferrita e da área de contornos de grão na recristalização, que produzem um sinal mais fraco devido ao aumento dos locais de fixação das paredes de domínio.

O loop de histerese apresentou um crescimento de 11,5% na área interna da curva da amostra 5% laminada a frio, indicando maior perda de energia pelo movimento irreversível das paredes de domínio, o que está associado a maior energia armazenada pelo acúmulo de distorção da rede. Em contrapartida, a amostra tratada a 700 °C apresentou a menor área interna da curva, com redução de 6,5% em relação à condição como recebida, atingindo a saturação com menor dispêndio de energia pelo movimento livre dos domínios.

A resistividade elétrica apresentou um comportamento diretamente proporcional ao aumento do grau de deformação. O crescimento da área de contornos de grão na recristalização também provoca o aumento do sinal, indicando maior impedimento ao fluxo de elétrons livres. Nota-se uma dependência da resistividade com o campo de tensões predominante, sendo maior para tensões trativas.

A multiplicação de heterogeneidades estruturais em materiais deformados dificulta o fluxo magnético, provocando a redução da permeabilidade magnética e, conseqüentemente, da indutância. Comportamento inverso ocorre nos tratamentos térmicos, que por reduzirem o acúmulo de defeitos na rede cristalina, fazem com que a indutância cresça.

Portanto, conclui-se que os métodos eletromagnéticos de medição podem ser usados de forma eficiente na caracterização microestrutural e na determinação do campo de tensões predominante de aços submetidos a diferentes intensidades de deformação por laminação a frio e a tratamentos térmicos que produzem microestruturas distintas.

## 8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Realizar ensaios de microdureza para análise da distribuição de tensões na seção transversal das amostras deformadas por laminação e tratadas termicamente;
- Investigar os efeitos da microtextura e macrotextura medidos por Difração de Elétrons Retroespalhados (EBSD) e Difração de Raios – X nas diferentes condições de deformação e tratamentos térmicos;
- Estudar os efeitos da deformação por torção nas propriedades magnéticas dos arames aplicados em dutos flexíveis;
- Utilizar a técnica do Ruído Magnético Barkhausen rotacional para avaliar a dependência angular de diferentes direções de magnetização em relação à direção de laminação;
- Realizar um estudo da anisotropia magnetocristalina através da relação entre a textura cristalográfica e o Ruído Magnético Barkhausen (RMB);
- Avaliar a presença de defeitos e as alterações microestruturais como consequência dos processos termomecânicos por meio dos sinais de correntes parasitas.

## REFERÊNCIAS

- API RP 17B. **Recommended Practice for Flexible Pipes**. 5 ed. Washington: American Petroleum Institute, 2014. p. 278.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 6508 – 1: Materiais metálicos – Ensaio de dureza Rockwell. Parte 1: Método de ensaio**. Rio de Janeiro, 2019.
- BORCHERS, C. *et al.* Effect of annealing on point defect population in cold-drawn pearlitic steel wires. **Scripta Materialia**, Amsterdam, v. 86, p. 17-19, 2014.
- BRACK, M. *et al.* **Dutos flexíveis: Especificação técnica e análise de projeto**. Apostila do curso de formação em engenharia submarina, Rio de Janeiro: Petrobras, 2008.
- BRESCIANI FILHO, E. *et al.* **Conformação plástica dos metais**. 6 ed. São Paulo: EPUSP, 2011.
- BROOKS, C. R. Microstructural observations of spheroidization from a lamellar structure in iron meteorites. **Materials Characterization**, Knoxville, v. 45, n. 1, p. 71-80, 2000.
- BUENO, M.; ASSIS, A. K. T. **Cálculo de Indutância e Força em Circuitos Elétricos**. 2 ed. Canadá: Apeiron Montreal, 2015.
- BUNGE, H. Texture and magnetic properties. **Texture and Microstructures**, United Kingdom, v. 11, p. 75 – 91, 1989.
- CARVALHO, B. S. **Avaliação de aplicabilidade do método de mapeamento magnético para análise não destrutiva da integridade de arames das armaduras de tração de risers flexíveis**. 2017. Trabalho de Conclusão de Curso (Tecnologia em Construção Naval) - Fundação Centro Universitário Estadual da Zona Oeste, Rio de Janeiro, 2017.
- CHIKAZUMI, S. **Physics of Magnetism**. 2 ed. New York: John Wiley & Sons, Inc, London, 1966.
- DAVUT, K.; GUR, C. H. Monitoring the microstructural changes during tempering of quenched SAE 5140 steel by magnetic barkhausen noise. **Journal of Nondestructive Evaluation**, Berlin, v. 26, p. 107-113, 2007.
- DIETER, G. E. **Metalurgia Mecânica**. 2 ed. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1981.
- DOLINSKI, A. Projeto de Dutos Flexíveis para Aplicação Submarina. *In*: FREIRE, José Luiz de França, **Engenharia de Dutos**. Rio de Janeiro: Transpetro, ABCM, cap. 17, p. 1-31, 2009.
- DUPOIRON, F.; CONDAT, C. T. High strength metallic materials for flexible pipes: specific environments and corrosion behavior. *In*: CORROSION 2003, 2003, San Diego. **Proceedings** [...]. San Diego: NACE-03113 Internacional, 16-20 mar. 2003. p. 2-9.
- EMBURY, J. D.; FISHER, R. M. The structure and properties of drawn pearlite. **Acta Metallurgica**, Monroeville, v. 14, n. 2, p. 147-159, 1966.

ESPINOZA, M. M. **Influência dos tratamentos térmicos na plasticidade do aço AISI 1050, para conformação a frio.** 1993. Dissertação (Mestrado em Engenharia: Metalurgia de Transformação) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 1993. Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/handle/10183/169128>. Acesso em: 20 mar. 2022.

FAGUNDES, E. J. **Análise da Influência do Ciclo de Recozimento de Esferoidização nas Propriedades Mecânicas do Aço SAE 1050.** 2006. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Minas) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2006. Disponível em: <https://repositorio.ufmg.br/handle/1843/BUOS-8DUES2>. Acesso em: 20 mar. 2022.

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

FARIAS, A. R. **Caracterização do Ruído Magnético Barkhausen em Materiais Estruturais Utilizando Transformada Wavelet.** 2005. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia das Radiações) – Comissão Nacional de Energia Nuclear, Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, Belo Horizonte, 2005. Disponível em: <https://repositorio.ifpb.edu.br/jspui/handle/177683/2140>. Acesso em: 15 mar. 2022.

FERNANDO, U. S. *et al.* Evolution of Residual Stress in Tensile Armour Wires of Flexible Pipes During Pipe Manufacture. *In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON OFFSHORE MECHANICS AND ARCTIC ENGINEERING (OMAE)*, 36., 2017, Trondheim. **Proceedings** [...], Trondheim: 25-30 jun. 2017. p. 1-9.

GAUTHIER, J.; KRAUSE, T. W.; ATHERNON, D. L. Measurement of residual stress in steel using the Magnetic Barkhausen Noise Technique. **NDT & E International**, Great Britain, v. 31, n. 1, p. 23 – 31, fev. 1998.

GIROTTI, E. M.; SANTOS, I. A. Medidas de resistividade elétrica DC em sólidos: como efetua-las corretamente. **Química Nova**, São Carlos, v. 25, n. 4, p. 639-647, 2002.

GONZALEZ, G. M.; DE SOUSA, J. R. M.; SAGRILO, L.V.S. An unbonded flexible pipe finite element model. *In: IBERO-LATIN AMERICA CONGRESS ON COMPUTATIONAL METHODS IN ENGINEERING*, 36., 2015, Rio de Janeiro. **Proceedings** [...], Rio de Janeiro: 22-25 nov. 2015. p. 2-17.

GRAVILJUK, V. G. Decomposition of cementite in pearlitic steel due to plastic deformation. **Materials Science and Engineering: A**, Amsterdam, v. 345, n. 1-2, p. 81-89, 2003.

GRIJALBA, F. A. F. **Desenvolvimento de ensaio não destrutivo baseado no ruído magnético de barkhausen para caracterização de tensões elásticas e deformações plásticas em aços.** 2010. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010. Disponível em: <https://teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3151/tde-17082010-121508/pt-br.php>. Acesso em: 13 abr. 2022.

GUR, C. H.; DAVUT, K. Non-destructive Characterization of Pearlite Spheroidisation by Magnetic Barkhausen Noise Method. *In: WORLD CONFERENCE ON NON*

DESTRUCTIVE TESTING, 17., 2008, Shanghai. **Anais [...]**, Shangai: 25-28 oct. 2008. p. 2-7.

GURRUCHAGA, K. *et al.* Magnetic Barkhausen Noise for Characterization of Recovery and Recrystallization. **IEEE Transactions on Magnetics**, Piscataway, v. 46, n. 2, 2010.

HASHIMOTO, A. C. R. D. **Cinética de recristalização de um aço perlítico SAE 1070 trefilado**. 2019. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica) – Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, 2019. Disponível em: [https://sucupira.capes.gov.br/sucupira/public/consultas/coleta/trabalhoConclusao/viewTrabalhoConclusao.jsf?popup=true&id\\_trabalho=7663992](https://sucupira.capes.gov.br/sucupira/public/consultas/coleta/trabalhoConclusao/viewTrabalhoConclusao.jsf?popup=true&id_trabalho=7663992). Acesso em: 28 mar. 2022.

IZOTOV, V. I. *et al.* Influence of the pearlite fineness on the mechanical properties, deformation behavior, and fracture characteristics of carbon steel. **The Physics of Metals and Metallography**, Berlin, v. 103, p. 519-529, 2007.

JILES, D. C. **Introduction to Magnetism and Magnetic Materials**. 2 ed. USA: Routledge Chapman & Hall, 1998.

KAMEDA, J.; RANJAN, R. Nondestructive Evaluation of Steels Using Acoustic and Magnetic Barkhausen Signals – I. Effect of Carbide Precipitation and Hardness. **Acta Metallurgica**, Amsterdam, v. 35, n.7, p.1515-1526, 1987.

KAZEMINEZHAD, M.; TAHERI, A. K. The prediction of macroscopic shear bands in flat rolled wire using the finite and slab element method. **Materials Letters**, Amsterdam, v. 60, p. 3265–3268, 2006.

KRONMULLER, H. Magnetic techniques for the study of dislocations in ferromagnetic materials. **International Journal of Nondestructive Testing**. Japan, 3, p. 315 – 350, 1972.

LAMONTAGNE, A. **Étude des mécanismes physiques responsables des évolutions microstructurales des aciers perlitiques au cours du tréfilage et du vieillissement post-tréfilage**. 2014. Tese (Doutorado em Engenharia) - Matériaux de Lyon, l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (INSA), Lyon, 2014.

LANGFORD, G. Deformation of pearlite. **Metallurgical Transactions A**, Switzerland, v. 8, n. 6, p. 861-875, 1977.

LEÃO, A. P. *et al.* Análise dos sistemas de *risers* utilizados na produção de óleo em sistemas submarinos. **Cadernos de Graduação: Ciências Exatas e Tecnológicas**, Sergipe, v. 2, n. 2, p. 23-35, 2014. Disponível em: <https://periodicos.set.edu.br/cadernoexatas/article/view/1689>. Acesso em: 24 fev. 2022.

LOW, M. **Determinação do Estágio Inicial da Recristalização em Ligas de Alumínio por Difração de Raios-X**. 2000. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear-Materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2000.

LUO, H.; SIETSMA, J.; ZWAAG, S. A novel observation of strain-induced ferrite-to-austenite retransformation after intercritical deformation of C-Mn steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Switzerland, v. 35, p. 2789-2797, 2004.

- MARQUES, B. S. B. **Aplicação da técnica de correntes parasitas para detecção de defeitos em aço duplex 2205 com diferentes tratamentos térmicos**. 2017. Projeto de Graduação (Engenharia Metalúrgica) – Escola Politécnica da Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2017.
- MARTINS, C. O. D. **Desenvolvimento de Metodologias de Inspeção e Monitoramento de Risers Flexíveis Através de Técnicas Micromagnéticas de Análise de Tensões**. 2008. Tese (Doutorado em Engenharia, Ciência e Tecnologia dos Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008. Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/handle/10183/16201>. Acesso em: 12 abr. 2022.
- MASOUMI, M. *et al.* Effect of pre-strain on microstructure, texture, and strengthening of fully pearlitic steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, Switzerland, v. 31, p. 4642-4654, 2022.
- MASSÉ, T. *et al.* Impact of mechanical anisotropy on the geometry of flat-rolled fully pearlitic steel wires. **Journal of Materials Processing Technology**, Amsterdam, v. 211, n. 1, p. 103–112, 2011.
- MASSÉ, T. **Study and optimization of high carbon steel at wires**. 2010. Tese (Doutorado em Mecânica Digital) - l'École nationale supérieure des mines de Paris, 2010.
- MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Princípios de metalurgia mecânica**. São Paulo: Editora Blücher, 1982.
- MIN, N. *et al.* Atom probe and Mossbauer spectroscopy investigations of cementite dissolution in a cold drawn eutectoid steel. **Journal of Materials Science & Technology**, Amsterdam, v. 26, n. 9, p. 776-782, 2010.
- MORGAN, M. A. C. **Ruído Magnético de Barkhausen contínuo rotacional**. 2013. Tese (Doutorado em Engenharia) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2013. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3151/tde-26062014-214352/pt-br.php>. Acesso em: 14 abr. 2022.
- MURAMBA, V. *et al.* Structural and optical characterization of tin oxide codoped with aluminum and sulphur. **American Journal of Materials Science**, Rosemead, v. 5, n. 2, p. 23-30, 2015.
- NATH, S. K. *et al.* Non-isothermal austenitization kinetics and theoretical determination of intercritical annealing time for dual-phase steels. **ISIJ International**, Japan, v. 34, n. 2, p. 191-197, 1994.
- NEGREIROS, L. A. S. **Avaliação da resistência à fadiga e corrosão-fadiga da armadura de tração de um riser flexível retirado de operação**. 2016. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/150496>. Acesso em: 19 abr. 2022.
- OLIVEIRA, J. C. P. T. **Evolução da microestrutura e da textura durante a laminação a frio e a recristalização de alumínio com diferentes níveis de pureza**. 2009. Tese

(Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2009. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/3/3133/tde-29062009-161502/pt-br.php>. Acesso em: 18 abr. 2022.

OYAMA, T. *et al.* Application of the divorced eutectoid transformation to the development of fine-grained, spheroidized structures in ultrahigh carbon steels. **Scripta Metallurgica**, Oxônia, v. 18, n. 8, p. 799–804, 1984.

OYARZÁBAL, M. K. *et al.* Sensitivity of conventional and non-destructive characterization techniques to recovery and recrystallization. **ISIJ International**, Japan, v. 47, n. 10, p. 1458–1464, 2007.

PADILHA, A.F.; SICILIANO, F. **Encruamento, Recristalização, Crescimento de grão e Textura**, São Paulo, 2005.

PANDI, R.; YUE, S. Dynamic Transformation of Austenite to Ferrite in Low Carbon Steel. **ISIJ International**, Japan, v. 34, p. 270-279, 1994.

PARVEEN, B. *et al.* Room-temperature ferromagnetism in Ni-doped TiO<sub>2</sub> diluted magnetic semiconductor thin films. **Journal of Applied Research and Technology**, Ciudad de México, n. 15, p. 132-139, 2017.

PEREIRA, P. A. S. **Inspeção Externa de Armaduras de Tração de Risers Flexíveis Utilizando a Técnica das Correntes Parasitas**. 2016. Tese (Doutorado em Engenharia Oceânica) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016. Disponível em: [https://sucupira.capes.gov.br/sucupira/public/consultas/coleta/trabalhoConclusao/viewTrabalhoConclusao.jsf?popup=true&id\\_trabalho=3740149](https://sucupira.capes.gov.br/sucupira/public/consultas/coleta/trabalhoConclusao/viewTrabalhoConclusao.jsf?popup=true&id_trabalho=3740149). Acesso em: 4 abr. 2022.

PETROBRAS. **N-2409**. Flexible Pipe Specification. Rio de Janeiro: Norma Técnica (CONTEC), 1994.

REMITA, E. *et al.* Experimental and theoretical investigation of the uniform corrosion in the annulus of offshore flexible pipelines. *In: CORROSION 2008*, 2008, New Orleans. **Proceedings** [...]. New Orleans: NACE-08538 International, 16-20 mar. 2008. p. 2-17.

RIETVELD, H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. **Journal of Applied Crystallography**, Chester, v. 2, p. 65-71, 1969.

ROCHA, M. R. **Aço ABNT 1045 esferoidizado: Estudo da cinética de coalescimento e correlações entre microestruturas e propriedades mecânicas**. 2001. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001. Disponível em: <https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/79597>. Acesso em: 20 mar. 2022.

ROCHA, M. R.; OLIVEIRA, C. A. S. Avaliação dos Parâmetros Microestruturais de um Aço SAE 1045 esferoidizado e sua Correlação com as propriedades Mecânicas. *In: CONGRESSO ABM*, 55., 2000, Rio de Janeiro. **Anais** [...]. Rio de Janeiro, jul. 2000. p. 2-5.

SILVA, V. R. M. **Análise global de riser rígido vertical tracionado no topo para águas ultra profundas**. 2011. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Civil) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.

SIMÕES, T. B. **Monitoramento de risers flexíveis com sensores a fibra óptica**. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011. Disponível em: <https://www.maxwell.vrac.puc-rio.br/colecao.php?strSecao=resultado&nrSeq=18538@1>. Acesso em: 20 abr. 2022.

SIPAHI, L. B. Overview of Applications of Micromagnetic Barkhausen Emissions as Noninvasive Material Characterization Technique. **Journal of Applied Physics**, Minneapolis, v. 75, n. 10, p. 6978-6980, 1994.

SOUSA, T. G. **Avaliação de densidade de discordâncias em cobre e latão  $\alpha$  deformados por análise de largura de pico de DRX**. 2014. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2014.

STOROJEVA, L. *et al.* Development of microstructure and texture of medium carbon steel during heavy warm deformation. **Acta Materialia**, Amsterdam, v. 52, p. 2209 – 2220, 2004.

TAGASHIRA, S. *et al.* Deformation Microstructure and Tensile Strength of Cold Rolled Pearlitic Steel Sheets. **ISIJ International**, Japan, v. 40, n. 11, p. 1149–1155, 2000.

TONSHOFF, H. K.; KARPUSCHEWSKI, B.; REGENT, C. Process Monitoring in Grinding Using Micromagnetic Techniques. **International Journal of Manufacturing Technology**, Switzerland, v. 15, p. 694-698, 1999.

TORIBIO, J. Relationship between microstructure and strength in eutectoid steels. **Materials science and engineering A**, v. 387–389, p. 227–230, 2004.

ÚNGAR, T. Dislocation densities, arrangements and character from X-ray diffraction experiments. **Materials Science and Engineering: A**, Amsterdam, v. 309-310, n. 15, p.14-22, 2001.

VASHISTA, M.; YUZUFZAI, M. Z. K. Effect of magnetizing field strength and magnetizing frequency on hysteresis loop shape and its characteristics. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, Dubai, v. 346, p. 2-8, 2018.

ZHANG, X. *et al.* Microstructure evolution and mechanical hardening of hypereutectoid pearlitic steel during cold rolling. **Acta Metallurgica Sinica**, Amsterdam, v. 20, n. 4, p. 287-292, 2007.

ZOU, X. *et al.* Nondestructive evaluation of carbon fiber reinforced polymer (CFRP)-steel interfacial debonding using eddy current thermography. **Composite Structures**, Amsterdam, v. 284, n. 8, p. 115-133, 2022.