

**CECÍLIA RODRIGUES MOREIRA CHIARANTANO PAVÃO**

**Estudo da influência do tratamento térmico leve na propriedade mecânica de  
compressão de um aço API 5L X65.**

**Cecília Rodrigues Moreira Chiarantano Pavão**

**Estudo da influência do tratamento térmico leve na propriedade mecânica de compressão de um aço API 5L X65.**

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira

Coorientador: Dr. João Paulo Gomes Antunes Costa

Pavão, Cecília Rodrigues Moreira Chiarantano  
P337e Estudo da influência do tratamento térmico leve na propriedade mecânica de compressão de um aço API 5L X65 / Cecília Rodrigues Moreira Chiarantano Pavão. – Guaratinguetá, 2022.

133 f : il.

Bibliografia: f. 120-124

Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia de Materiais  
Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá,  
2022.

Orientador: Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira

Coorientadores: Prof. Dr. João Paulo Gomes Antunes Costa

1. Aço tubular - Estruturas. 2. Metais - Tratamento térmico. 3. Resistência de materiais. I. Título.

CDU624.014.2

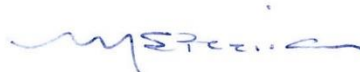
**Cecília Rodrigues Moreira Chiarantano Pavão**

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO PARTE  
DO REQUISITO PARA OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE  
"GRADUADO(A) EM ENGENHARIA DE MATERIAIS"

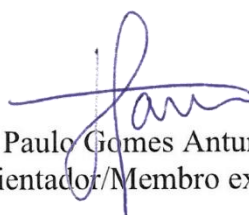
APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE  
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

Prof. Dr. Jose Vitor Candido de Souza  
Coordenador(a)

**BANCA EXAMINADORA:**



Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira  
Orientador/UNESP-FEG



Dr. João Paulo Gomes Antunes Costa  
Coorientador/Membro externo



Me. Anderson Elias Furtado  
Membro externo

Janeiro de 2022

Dedico este trabalho à minha vó Cleusa.

## **AGRADECIMENTOS**

Em primeiro lugar agradeço a minha mãe, Priscila Rodrigues Moreira, e ao meu pai Marcelo Chiarantano Pavão, por terem me dado amor, apoio, e investido em mim. Agradeço à minha família e meu namorado Victor por terem estado sempre ao meu lado.

ao meu mentor e coorientador, Dr. João Paulo Gomes Antunes Costa, por todo o incentivo e sabedoria, o estudo aqui apresentado seria praticamente impossível sem ele.

ao meu orientador, Prof. Dr. Marcelo dos Santos Pereira. Com sua orientação, dedicação e auxílio, que me guiou nesse estudo.

aos funcionários da Faculdade de Engenharia do Campos de Guaratinguetá pela dedicação e alegria no atendimento.

a empresa Tenaris Confab S/A e todos os funcionários, pelo suporte técnico e todo conhecimento transmitido.

aos meus amigos Beatriz Ligabo, Felipe Barbosa e Leonardo Fernandes que apesar das dificuldades enfrentadas, sempre trouxeram leveza e felicidade.

ao meu amigo Rodolfo Rogério, por ter me incentivado nos estudos durante minha graduação.

“O tamanho dos seus sonhos deve sempre exceder a sua capacidade de alcançá-los. Se os seus sonhos não te assustam, eles não são grandes o suficiente.”

Ellen Johnson-Sirleaf

## RESUMO

Os aços utilizados na indústria de energia, são considerados aços ARBL (Alta Resistência e Baixa liga) e satisfazem a norma API 5L, a qual refere-se a um conjunto de requisitos para tubos de aço serem operados em extração de petróleo e gás natural. Os tubos com essa aplicabilidade são expostos constantemente a pressões externas, resistindo a forças axiais de compressão. Com o objetivo de melhoria das propriedades mecânicas em tubos de aço estudou-se o efeito do envelhecimento térmico por meio de um tratamento térmico leve (temperaturas abaixo de 250°C) e avaliou-se a influência da temperatura e do tempo no limite de escoamento por meio de ensaios de compressão e em sua microestrutura. Deste modo, utilizou-se amostras de 6 tubos API 5L X65MO conformados na empresa Confab Industrial S/A – Pindamonhangaba/SP. As amostras foram divididas em três grupos: as sem tratamento térmico, as tratadas em 200°C (TT1) e as tratadas em 225°C (TT2). Realizou-se o tratamento térmico em um forno de indução e em três tempos distintos para as duas temperaturas citadas, de 15, 60 e 490s. Todo o montante de amostras passou pelo ensaio de compressão, as amostras sem tratamento térmico foram caracterizadas por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV), e as tratadas termicamente somente pelo MEV. Pelo ensaio de compressão e o diagrama de tensão-deformação, observou-se um aumento no limite de escoamento (LE) mediante um tratamento térmico leve. Conforme o tempo aumentava assim como a temperatura, o aumento se tornava mais significativo. A partir da relação de Arrhenius, estudou-se a cinética de envelhecimento por via de duas combinações de tempo-temperatura para um mesmo aumento de LE, encontrando a energia de ativação dos elementos intersticiais que desempenham o envelhecimento térmico. Por microscopia óptica nas ampliações de 100, 200 e 500X, verificou-se a presença de perlita e sobretudo ferrita, com grãos refinados e irregulares, análogo a ferrita acicular. Por meio do MEV, constatou-se que as amostras que passaram por um tratamento térmico leve apresentam uma mesma microestrutura das amostras não tratadas e sem a presença de precipitados. Conclui-se, portanto, que o envelhecimento térmico ocorre através de um tratamento térmico leve melhorando as propriedades mecânicas de um aço de grau X65MO.

**PALAVRAS-CHAVE:** Tubos de aço X65MO. Envelhecimento térmico. Tratamento térmico leve. Resistência mecânica de compressão.

## ABSTRACT

The steels used in the energy industry are considered HSLA (High Strength and Low Alloy) steels and comply with the API 5L standard, which refers to a set of requirements for steel pipes to be operated in oil and natural gas extraction. Pipes with this applicability are constantly exposed to external pressures, resisting axial compressive forces. In order to improve the mechanical properties of steel pipes, the effect of thermal aging was studied through a light heat treatment (temperatures below 250°C) and the influence of temperature and time on the yield strength was evaluated through compression tests and formed microstructure. In this way, samples from 6 API 5L X65MO pipes performed at Confab Industrial S/A – Pindamonhangaba/SP were used. The samples were divided into three groups: without heat treatment, treated at 200°C (TT1) and treated at 225°C (TT2). The heat treatment was carried out in an induction furnace and at three different times for the two mentioned temperatures, of 15, 60 and 490s. The entire number of samples went through the compression test, the samples without heat treatment were characterized by optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM), the heat treated only by SEM. By the compression test and stress-strain diagram, an increase in the yield strength (YS) was observed through a light heat treatment, as the time increased as well as the temperature, the increase was more significant. From the Arrhenius relationship, the aging kinetics were studied through two combinations of time-temperature for the same increase in YS, finding the activation energy of the interstitial elements that perform thermal aging. By optical microscopy at magnifications of 100, 200 and 500X, the presence of perlite and especially ferrite was verified, with refined and irregular grains, analogous to acicular ferrite. Through the SEM, it was found that the treated samples a light heat treatment present the same microstructure of the untreated samples and without the presence of precipitates. It is concluded that thermal aging occurs through a light heat treatment improving the mechanical properties of an X65MO grade steel.

**KEYWORDS:** X65MO steel pipes. Thermal aging. Light heat treatment. Mechanical compression strength.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Diagrama Tensão x Deformação .....	15
Figura 2 - Movimentação dos solutos intersticiais para as discordâncias. (a) Matriz do aço; (b) inserção das discordâncias por meio da deformação; (c) formação da atmosfera de Cottrell..	17
Figura 3 - Sistemática de uma precipitação.....	18
Figura 4 - Interação das discordâncias com os precipitados: (a) coerente; (b) semi-coerente; (c) incoerente.....	19
Figura 5 - Diagrama de equilíbrio Fe-C .....	21
Figura 6 - Processo de recristalização da austenita.....	22
Figura 7 - Fases do Processo de Laminação.....	23
Figura 8 - Diagrama de Resfriamento Contínuo .....	24
Figura 9 - Diagrama Tensão de Engenharia x Deformação de Engenharia .....	26
Figura 10 - Máquina Universal de Ensaio.....	26
Figura 11 - Local de retirada dos CPs.....	28
Figura 12 - Dimensão dos corpos de prova de ensaio de compressão. (a) Para tratamento térmico; (b) sem tratamento térmico.....	29
Figura 13 - Forno de indução.....	29
Figura 14 - Limite de Escoamento nas temperaturas de 200 e 225°C.....	32
Figura 15 - Curvas Tensão x Deformação nos tempos de 490s.....	33
Figura 16 – Curva da variação do limite de escoamento em função de log do tempo.....	34
Figura 17 - Microscopia com ampliação de 100X.....	36
Figura 18 - Microscopia com ampliação de 200X.....	36
Figura 19 - Microscopia com ampliação de 500X.....	37
Figura 20 - MEV de amostra sem tratamento térmico em ampliação de (a) 1.000X e (b) 2.000X.....	38
Figura 21 - MEV de amostra tratadas a 200°C em 15s em ampliação de (a) 1.000X e (b) 2.000X.....	39
Figura 22 - MEV de amostra tratadas a 225°C em 15s em ampliação de (a) 1.000X e (b) 2.000X.....	39
Figura 23 - Análise da composição química qualitativa via EDS pontual em ampliação de 2.000X.....	40
Figura 24 - Análise da composição química qualitativa via EDS em linha em ampliação de 2.000X.....	41

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Requisitos para os Resultados dos Testes de Tração para Tubos PSL 2 de grau X65. ....	13
Tabela 2 - Composição química típica do aço API 5L X65MO. ....	27
Tabela 3 - Resumo e parâmetros do forno de indução. ....	30

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

API	American Petroleum Institute
ARBL	Alta Resistência e Baixa Liga
Ar1	Fim da transformação austenita-ferrita
Ar3	Início da transformação austenita-ferrita
Bs	Início da transformação bainítica
CP	Corpo de Prova
LE	Limite de Escoamento
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
TMCP	Laminação termomecânica (Thermo-Mechanical Control Process)
TT	Tratamento Térmico

## LISTA DE SÍMBOLOS

t	tempo
A	constante
Q	energia de ativação (J/mol)
T	temperatura (K)
R	constante dos gases
$\gamma$	austenita
$\alpha$	ferrita

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	12
<b>2</b>	<b>REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA</b> .....	13
2.1	AÇO API 5L X65 .....	13
2.2	ENVELHECIMENTO TÉRMICO .....	14
<b>2.2.1</b>	<b>Discordâncias</b> .....	15
<b>2.2.2</b>	<b>Mecanismos de envelhecimento térmico</b> .....	16
2.2.2.1	Atmosfera de Cottrell.....	16
2.2.2.2	Precipitação .....	18
<b>2.2.3</b>	<b>Cinética de envelhecimento</b> .....	20
2.3	MICROESTRUTURA .....	20
<b>2.3.1</b>	<b>Laminação termomecânica (TMCP)</b> .....	21
2.4	ENSAIO DE COMPRESSÃO .....	25
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	26
3.1	MATERIAIS .....	26
3.2	MÉTODOS .....	28
<b>3.2.1</b>	<b>Tratamento Térmico</b> .....	28
<b>3.2.2</b>	<b>Ensaio de Compressão</b> .....	30
<b>3.2.3</b>	<b>Micrografia</b> .....	30
<b>3.2.4</b>	<b>MEV</b> .....	31
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	32
4.1	ENSAIO DE COMPRESSÃO .....	32
4.2	MICROGRAFIA.....	35
4.3	MEV.....	38
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO</b> .....	42
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	43
	<b>BIBLIOGRAFIA CONSULTADA</b> .....	46

## 1 INTRODUÇÃO

É evidente o alto proveito de aço em inúmeras aplicações industriais e a sua ampliação constante como, por exemplo, em industriais de energia (extração de petróleo e hidrelétricas), em construções civis (estruturas de concreto armado), em indústrias mecânicas, entre outras. As cargas as quais os tubos são submetidos na indústria de extração de petróleo são referentes as forças no sentido de compressão (FAN *et al.*, 2017).

Com isso, uma demanda por aços com melhores propriedades mecânicas vem sendo requerida cada vez mais, estimulando sucessivas pesquisas na melhoria de processos e de equipamentos (ASKELAND; FULAY; WRIGHT, 2010).

O uso acentuado de aço se dá devido à alta flexibilidade que esse apresenta permitindo uma usinagem mais acessível e a viabilidade de tratamento térmico, sendo possível variar propriedades mecânicas e microestruturas (SOURISSEAU, 2018).

Um dos processos utilizados para alterar as propriedades mecânicas do aço é o tratamento térmico. Alguns estudos mostraram que após um tratamento térmico leve, ocorre o fenômeno de envelhecimento e a resistência a deformação aumenta significativamente. Esse mecanismo se dá partir da segregação de elementos intersticiais para o pé das discordâncias (DE *et al.*, 2000). Algumas variáveis podem interferir na sua resposta como, temperatura, tempo, quantidade de deformação, concentração de carbono livre, microestrutura, composição química e densidade de discordâncias (CABALLERO *et al.*, 2014).

Os aços API 5L conhecidos como aços de Alta Resistência e Baixa Liga (ARBL) apresentam propriedades como resistência e boa tenacidade a baixas temperaturas, e combinados com uma laminação controlada apresentam uma microestrutura final refinada, aprimorando as propriedades mecânicas.

O objetivo principal deste trabalho é estudar o efeito do envelhecimento térmico na resistência mecânica de compressão em tubos de aço API 5L X65MO submetidos a um tratamento térmico leve.

## 2 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 AÇO API 5L X65

A norma API 5L (*American Petroleum Institute*) compreende diversos requisitos de aços carbono para tubos utilizados na indústria de petróleo e gás natural como: procedimentos de deformação, composição química, propriedades mecânicas e resultados de ensaios mecânicos. A composição química básica desses aços consiste em carbono e manganês com adições de cobre, níquel, molibdênio, nióbio e/ou titânio. A norma apresenta dois níveis de especificação, PSL 1 e PSL 2, cada um com seus requisitos, tanto para tubos sem e com costura, e classificações em diferentes graus de aços de acordo com sua tensão mínima de escoamento (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2018). Exemplos dessa classificação são: X65, X70, X80 e X100, quanto maior o grau, maior é sua resistência mecânica. O material utilizado para o desenvolvimento desse trabalho é o X65MO, cujo limite de escoamento mínimo em tração é de 65 ksi ou 450 MPa. Na Tabela 1 abaixo estão indicados a classificação dos aços e seus respectivos valores especificados.

Tabela 1 - Requisitos para os Resultados dos Testes de Tração para Tubos PSL 2 de grau X65.

Grau do Tubo	Limite de Escoamento Rt0.5 MPa		Limite de Resistência Rm MPa (psi)		Razão Rt0.5/Rm
	Min.	Máx.	Min.	Máx.	Máx.
	X65QO X65MO	450	570	535	760

Fonte: Adaptado de AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE (2018)

Para a especificação do tipo PSL 1 os sufixos ao lado do grau só são necessários se o aço apresentar uma composição característica, já no PSL 2, os sufixos como as letras R, N, Q e M são de acordo com a condição de fabricação das chapas de aço e a letra O, indica que o tubo será utilizado para serviços em offshore (AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE, 2018).

Os aços considerados pela norma API são denominados aços de Alta Resistência mecânica e Baixa Liga (ARBL). Estes apresentam pequenas quantidades de microligantes como, por exemplo, Nb, Ti e V, e por conseguinte é possível reduzir a porcentagem de carbono neles, assim obtendo-se um material de resistência aprimorada, com alta tenacidade, boa

soldabilidade e peso reduzido. São descritos pelo baixo teor de enxofre e baixa fração de segundas fases (DEBALAY, 2007).

Uma composição química adequada agregada a um processamento de laminação controlada, resulta em um refinamento da microestrutura por meio da precipitação de austenita, fixando os contornos de grão, e, portanto, atingindo melhores propriedades mecânicas (ASKELAND; FULAY; WRIGHT, 2010).

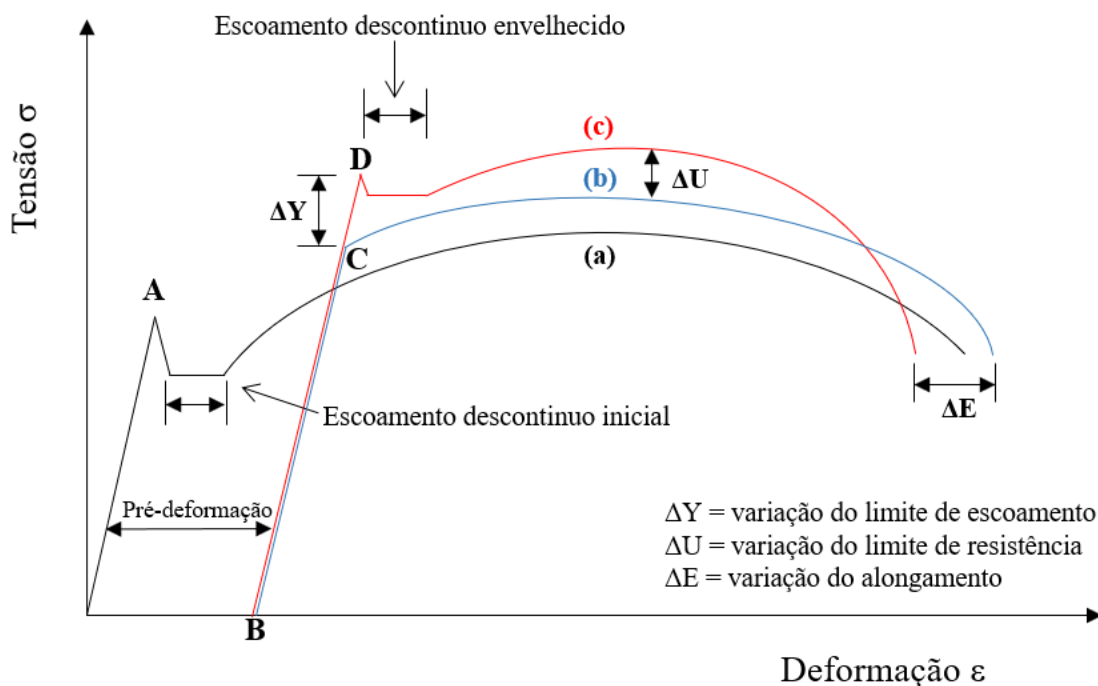
## 2.2 ENVELHECIMENTO TÉRMICO

O envelhecimento térmico é o principal mecanismo na condição de tratamento térmico leve para o aumento do limite de escoamento do material, e conseqüentemente, a melhora de sua resistência mecânica. Esse mecanismo pode ocorrer de duas formas: estático ou dinâmico. Na primeira um aquecimento térmico leve (abaixo de 250°C) é realizado após uma deformação e, na segunda, o material é aquecido enquanto a deformação é realizada (BAIRD, 1971).

O envelhecimento térmico pode alterar outras propriedades mecânicas do material, como: ductilidade, temperatura de transição de fratura, propriedades elétricas e magnéticas (AL-SHARIF; PRESTON, 1996).

Através do diagrama de tensão-deformação (Figura 1) é possível verificar a ação do tratamento térmico leve nas propriedades mecânicas do aço. A curva (a) mostra o efeito de uma amostra sem deformação prévia, tendo seu limite de escoamento no ponto A. Na curva (b) relata uma amostra com uma pré-deformação aplicada até o ponto B, seguido pela retirada da carga e aplicação imediata de tensão, tendo seu limite de escoamento no ponto C. Já na curva (c) a situação de amostra da curva (b) é repetida, porém, após a retirada da carga segue um tratamento térmico em temperaturas iguais ou acima da temperatura ambiente, resultando em um aumento no limite de escoamento ( $\Delta Y$ ), atingindo o ponto D, uma redução do alongamento ( $\Delta E$ ) e um limite de resistência ( $\Delta U$ ) superior ao da curva (b). Esse fenômeno de mudar o comportamento mecânico é visto em aços que são suscetíveis ao envelhecimento (AL-SHARIF; PRESTON, 1996).

Figura 1 - Diagrama Tensão x Deformação



Fonte: Adaptado de Baird (1971).

O desempenho do envelhecimento térmico no material irá depender de alguns fatores como, temperatura, tempo, pré-deformação, concentração de carbono livre, microestrutura, composição química e densidade de discordâncias (CABALLERO *et al.*, 2014). Esse trabalho será focado na influência do tempo e temperatura na mudança das propriedades mecânicas.

### 2.2.1 Discordâncias

Discordâncias podem surgir durante a solidificação ou a partir de uma deformação plástica. Ao aplicar uma tensão na direção perpendicular ou cisalhante do material irá ocorrer um rompimento das ligações interatômicas provocando um deslizamento do plano dos átomos, surgindo assim uma discordância a qual tende a se movimentar, suscitando em uma distorção da rede cristalina do material, conhecidas como campos de deformação (CABALLERO *et al.*, 2014)

A densidade de discordâncias, a qual é elevada em altas deformações, pode ser reduzida por meio de tratamentos térmicos, e essas impactam nas propriedades mecânicas dos metais.

## 2.2.2 Mecanismos de Envelhecimento Térmico

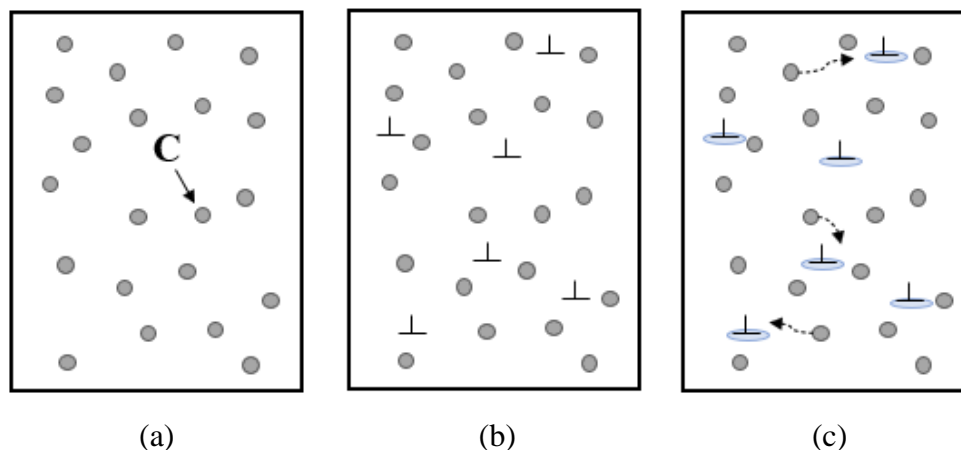
O mecanismo de envelhecimento é explicado no modelo de 4 estágios proposto por Wilson e Russel (1960). No estágio 1, os elementos intersticiais migram para os pés das discordâncias e formam a atmosfera de Cottrell, travando-as. A quantidade de solutos ao redor das discordâncias aumenta conforme o envelhecimento térmico progride com o tempo. No estágio 2, ocorre a precipitação desses solutos. Já no estágio 3, as precipitações aumentam de forma acelerada e ao início do estágio 4 é observado um precipitado grosseiro, iniciando um estado de super envelhecimento, o que acaba por tornar o material mais macio e o precipitado perde a coerência (LI; LESLIE, 1978, WILSON; RUSSELL, 1960).

Os efeitos nas propriedades mecânicas do material mudam de acordo com o estágio. No Estágio 1 ocorre a elevação do limite de escoamento. No estágio 2, a curva de tensão-deformação continua a subir, aumentando o limite de escoamento e de resistência. No estágio 3 o ocorrido no estágio 2 continua (LI; LESLIE, 1978).

### 2.2.2.1 Atmosfera de Cottrell

De acordo com Cottrell e Bilby (1949), o aumento da resistência mecânica se dá através da segregação de elementos intersticiais dissolvidos na matriz do aço para os pés das discordâncias, impedindo o movimento destas e formando uma atmosfera, conhecida por atmosfera de Cottrell (Figura 2) (BAIRD, 1971). Foi descrito por Bhadeshia e Honeycombe (2017) que ao aumentar o tempo em que o material permanece no tratamento térmico leve, mais solutos intersticiais são orientados para os pés das discordâncias.

Figura 2 - Movimentação dos solutos intersticiais para as discordâncias. (a) Matriz do aço; (b) inserção das discordâncias por meio da deformação; (c) formação da atmosfera de Cottrell.



Fonte: Pereloma; Timokhina (2017)

Em um tratamento térmico leve, o carbono e o nitrogênio livre são os solutos que mais contribuem para o aumento do limite de escoamento. Esses apresentam um alto coeficiente de difusão e alta energia de interação com as discordâncias em temperaturas mais baixas (BAIRD, 1971).

Constata-se que altos níveis de carbono (>0,01%) dissolvido na matriz do aço favorecem mais para o aumento da resistência mecânica que altos níveis de nitrogênio, isso se dá devido ao fato do carbono, em equilíbrio com a cementita, ter uma solubilidade menor em temperaturas por volta de 200°C que o nitrogênio (SEKINO; FUJISHIMA, 1966).

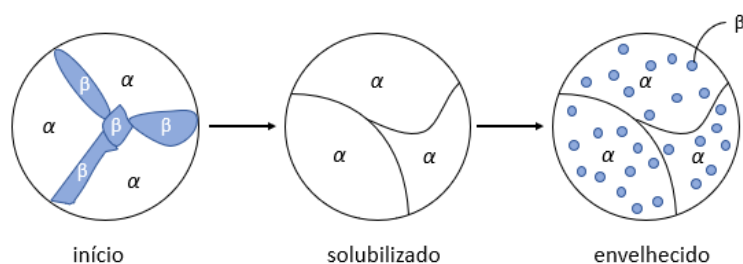
A presença dos elementos de liga também tem efeito sobre o aumento da resistência mecânica por meio de tratamento térmico leve. Esses elementos de liga são divididos em duas classes. A primeira são os que travam as discordâncias impedindo sua movimentação (C e N) e a segunda os que influenciam o processo controlando a concentração dos átomos de soluto da primeira classe (AL-SHARIF; PRESTON, 1996).

O segundo grupo consiste na formação de nitretos estáveis como, alumínio e boro, esses diminuem a tendência de envelhecimento em baixas temperaturas, assim como os carbonetos, exemplo o vanádio e o nióbio, não permitindo carbono e nitrogênio livre em solução, assim impedindo a ocorrência do travamento das discordâncias e por conseguinte nenhum efeito do envelhecimento é observado (AL-SHARIF; PRESTON, 1996).

### 2.2.2.2 Precipitação

O aquecimento de uma solução sólida promove o aumento de solubilidade, portanto é possível dissolver átomos de um soluto em uma determinada matriz metálica tornando-a monofásica. Após um resfriamento a solução sólida fica supersaturada com soluto e ao reaquecer essa solução até uma certa temperatura, a segunda fase começa a precipitar formando partículas pequenas na matriz do aço (Figura 3) (CALLISTER, 1999).

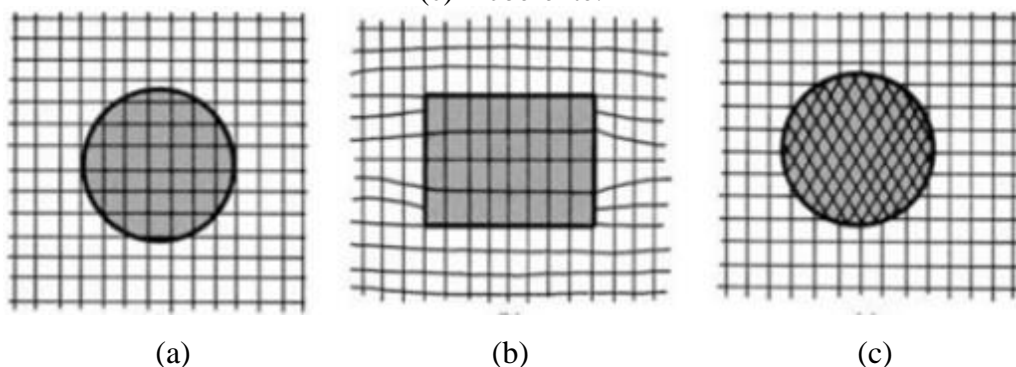
Figura 3 - Sistemática de uma precipitação.



Fonte: Adaptado de Askeland; Fulay; Wright (2010).

A interação das discordâncias com os precipitados é de extrema importância para o envelhecimento térmico, deste modo, a relação de matriz e precipitado dita essa interação (CAHN, 1970). Os precipitados podem ser coerentes, semi-coerente e incoerentes (Figura 4). No primeiro tipo, o plano de rede do precipitado é contínuo com o da matriz, e a discordância cruza os precipitados dando continuidade à sua movimentação. Já o precipitado semi-coerente, ocorre em função da diferença de tamanho entre os átomos da matriz com o precipitado, em um primeiro instante sucede um leve desalinhamento dos planos da rede. Conforme o tamanho dos precipitados aumentam, gera uma distorção completa dos planos, sendo esses os precipitados incoerentes, e como consequência, a discordância contorna o precipitado (RUSSELL; LEE, 2005).

Figura 4 - Interação das discordâncias com os precipitados: (a) coerente; (b) semi-coerente; (c) incoerente.



Fonte: Adaptado de Meyers; Chawla (2009).

Os precipitados podem nuclear em dois mecanismos distintos, de forma heterogênea ou homogênea. A nucleação heterogênea a que ocorre em sítios preferenciais de defeitos como contornos de grão e discordâncias.

A nucleação homogênea não apresenta preferência de sítios para a nucleação, sendo de forma aleatória, formando uma aglomeração de precipitados, conhecida como embrião, e ocorre a partir de uma variação térmica. Para constituir um núcleo estável e estruturar em um cristal, o raio do embrião deve ultrapassar o raio crítico, esse caracteriza o ápice de energia livre do desenvolvimento de nucleação, conhecida como energia de ativação (REED-HILL; ABBASCHIAN, 1992).

Isso torna a nucleação homogênea difícil de ocorrer, sendo assim a nucleação heterogênea apresenta uma energia de ativação menor e é a mais comum de acontecer (PORTER; EASTERLING; MOHAMED, 2009).

### 2.2.3 Cinética de Envelhecimento

A cinética de envelhecimento sugere que ao aumentar a temperatura, a taxa de envelhecimento aumenta juntamente, entretanto o máximo de resistência que pode ser atingido não depende somente da temperatura de envelhecimento (AL-SHARIF; PRESTON, 1996).

A mudança nas propriedades mecânicas durante o envelhecimento térmico é regida pela difusão, sendo necessário tempo e uma temperatura (PANDA; GANGULY; MISRA, 1992), e é descrita pela relação de Arrhenius:

$$t = A \exp \left[ \frac{Q}{RT} \right] \quad (1)$$

$$\ln t = \ln A + \left[ \frac{Q}{RT} \right] \quad (2)$$

$$\ln \left( \frac{t_1}{t_2} \right) = \left( \frac{Q}{R} \right) \left[ \left( \frac{1}{T_1} \right) - \left( \frac{1}{T_2} \right) \right] \quad (3)$$

Sendo:

$t$  = tempo para alcançar um estágio

$A$  = constante

$Q$  = energia de ativação (J/mol)

$T$  = temperatura (K)

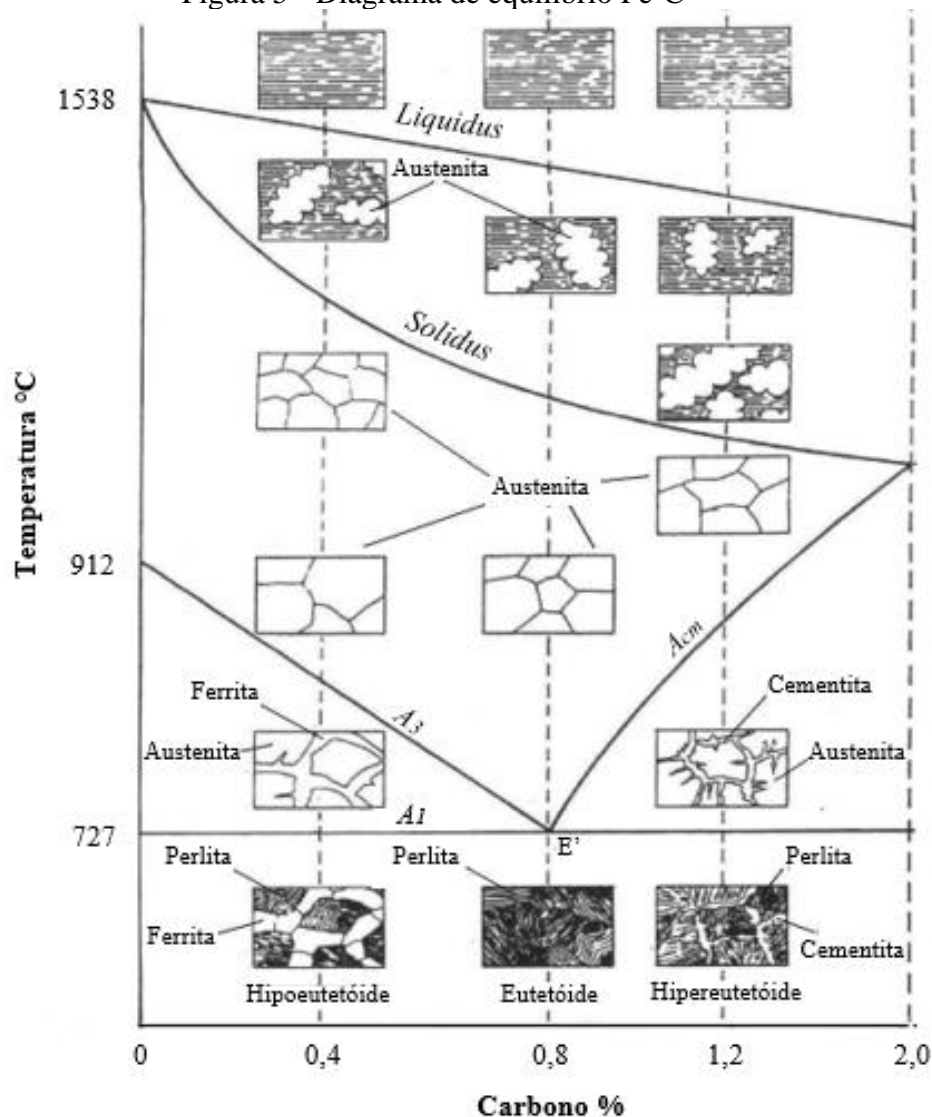
$R$  = constante dos gases

Foi relatado por Stephenson (1965) que a energia de ativação necessária para a difusão do carbono em aço carbono puro é de 83,68 kJ/mol. Para aços ARBL é descrito por Rashid (1976) uma energia de 140,83 kJ/mol para a difusão dos elementos intersticiais (formação da atmosfera de Cottrell).

## 2.3 MICROESTRUTURA

Um aspecto que deve ser levado em consideração, com relação a magnitude de envelhecimento do aço, é o tamanho dos grãos e sua microestrutura formada. A temperatura de trabalho em um processo de laminação, realizado na maioria dos materiais metálicos, tem extrema importância na formação da microestrutura final, visto pelo diagrama de fases do Fe-C (Figura 5) (SUNG *et al.*, 2015; WANG; YANG, 1992).

Figura 5 - Diagrama de equilíbrio Fe-C



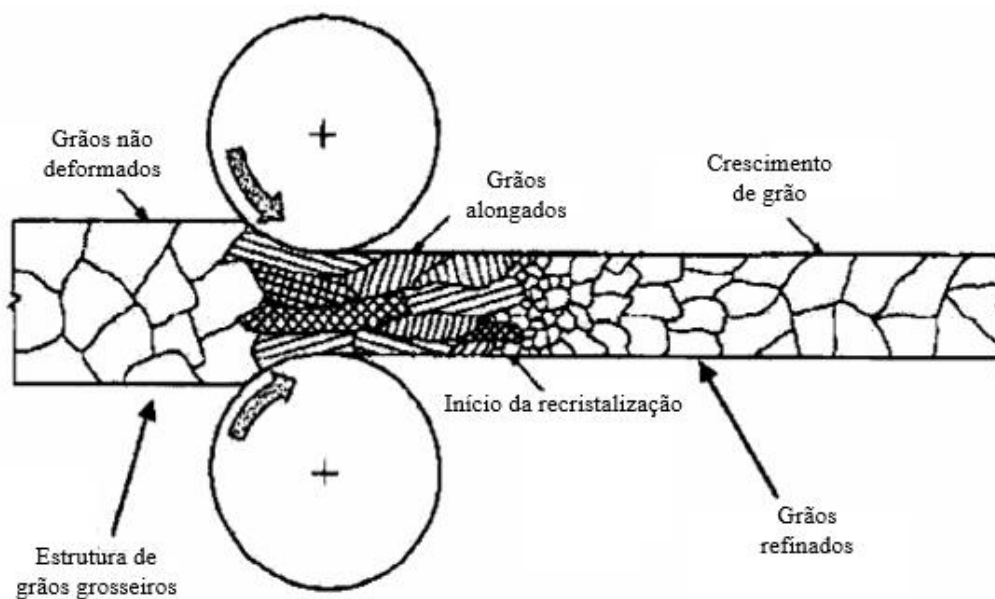
Fonte: Adaptado de Callister (1999)

### 2.3.1 Laminação Termomecânica (TMCP)

O TMCP é um processo de laminação termomecânica controlada, a qual permite obter uma microestrutura mais refinada do aço, alterando suas propriedades, e assim conciliando uma boa tenacidade com alta resistência mecânica sem deteriorar a soldabilidade (STALHEIM, 2017). Esse processo pode ser sequenciado ou não com um resfriamento controlado. A adição de microligantes controla a microestrutura do material, exemplos como Nb, V e Ti auxiliam no refinamento do grão em altas temperaturas, desestimulando a recristalização da austenita e melhorando a resistência a tração (NISHIOKA; ICHIKAWA, 2012).

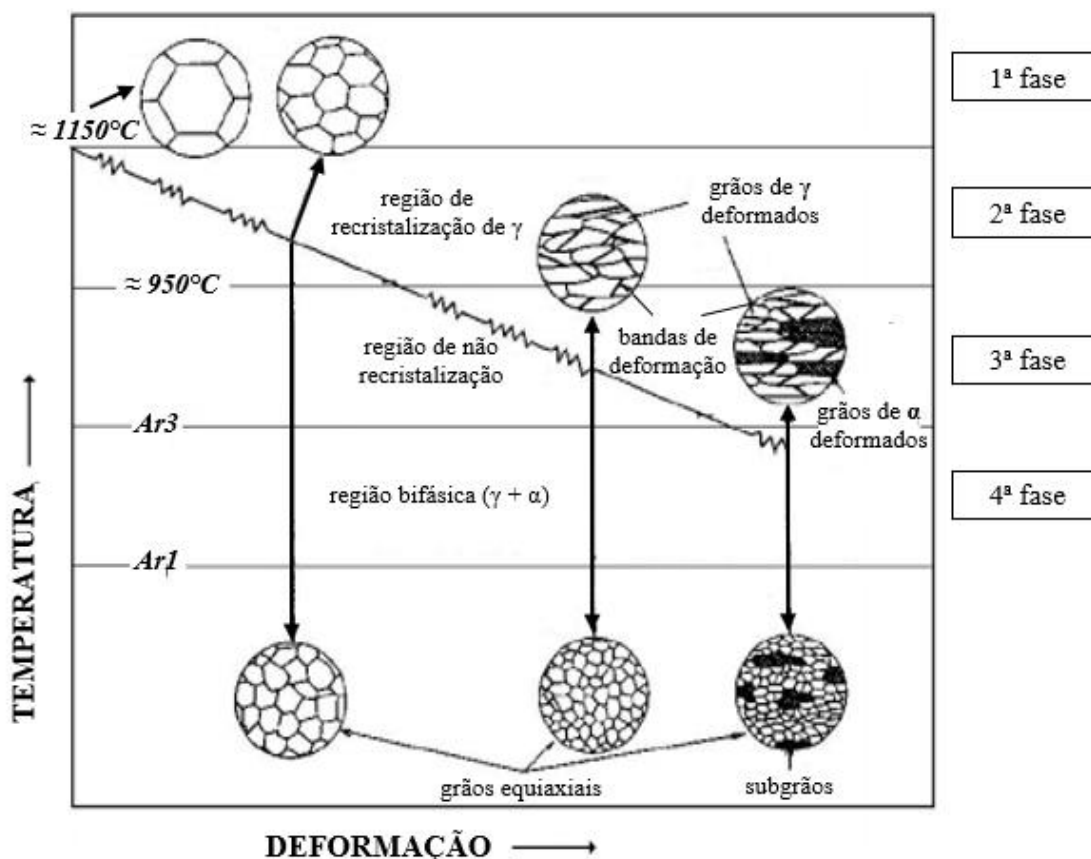
O processo de laminação controlado ocorre em quatro fases. Na primeira fase ocorre o reaquecimento da placa em altas temperaturas ( $\approx 1150^{\circ}\text{C}$ ), solubilizando Nb, C e N; na segunda fase é realizada uma laminação da chapa, em temperaturas acima de  $900^{\circ}\text{C}$  (Figura 6), sucedendo a recristalização da austenita ( $\gamma$ ); a terceira fase é onde acontece a deformação na região de não recristalização da austenita, o encruamento do material e, pôr fim a quarta fase é descrita pela laminação entre o  $\text{Ar}_3$  e  $\text{Ar}_1$ , transformando a austenita em ferrita refinada ( $\alpha$ ), conhecida como região bifásica  $\alpha + \gamma$ , representado na Figura 7.

Figura 6 - Processo de recristalização da austenita.



Fonte: Adaptado de Krauss (2005).

Figura 7 - Fases do Processo de Laminação

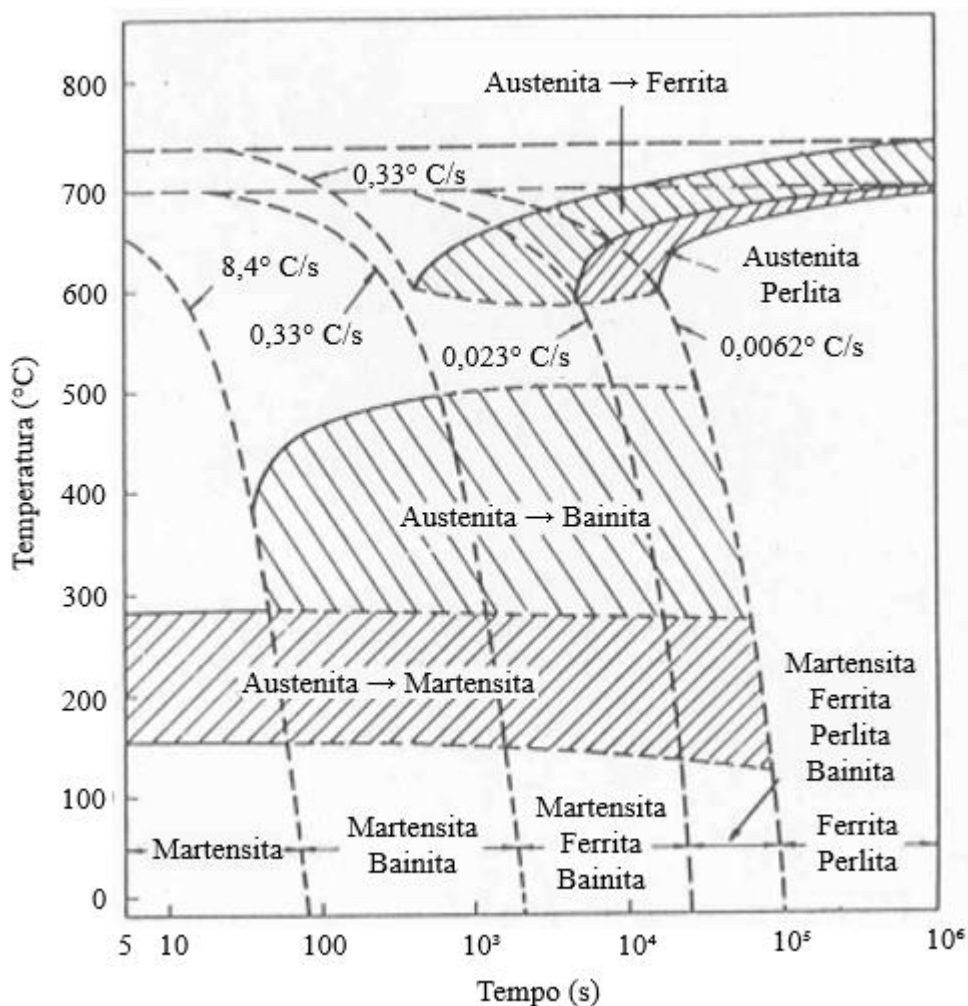


Fonte: Adaptado de Krauss (2005).

A aplicação do resfriamento acelerado atua maximizando a taxa de nucleação dos grãos de ferrita refinada. Efetuando-se um resfriamento com água de forma acelerada até uma temperatura estipulada e, posteriormente, esfria-se o material ao ar até se atingir a temperatura ambiente (STALHEIM, 2017).

A taxa, a temperatura inicial e final de resfriamento são fatores importantes que podem alterar a microestrutura do aço. O resfriamento rápido em água estabelece uma microestrutura final de ferrita e bainita, entretanto a temperatura final de resfriamento deve ser paralisada antes que a curva de resfriamento do aço (Figura 8) entre na transformação martensítica (SUNG *et al.*, 2015). Para não se obter propriedades mecânicas indesejáveis como, por exemplo alta dureza e baixa soldabilidade, a temperatura inicial de resfriamento deve estar ligada com a temperatura final de laminação. Um resfriamento em alta velocidade provoca uma diminuição das temperaturas de transformação, acentuando a fração das fases formadas em temperaturas menores.

Figura 8 - Diagrama de Resfriamento Contínuo



Fonte: Adaptado de Askland; Fulay; Wright (2010).

Comumente as microestruturas dos aços laminados por TMCP consistem em ferrita fina com perlita ou bainita e ferrita acicular, que seria a bainita de baixo carbono (ZHAO; YANG; SHAN, 2002).

A perlita é a combinação de duas fases, cementita e ferrita. A fase  $\alpha$ , em determinadas taxas de resfriamento repele C para a fase  $\gamma$ , a qual tem baixa solubilidade e acaba por precipitar o C em cementita, com o resfriamento a concentração de C cai, e passa assim a formar ferrita novamente, criando uma estrutura lamelar entre cementita e ferrita. Suas propriedades compreendem em elevada dureza e resistência.

A bainita assim como a perlita, também é composta por cementita e ferrita, entretanto a disposição desses são em placas ou formato de agulhas. A fase bainítica apresenta alta resistência mecânica com uma baixa dureza, levando o material a ter uma boa tenacidade.

Ferrita acicular é a microestrutura responsável pela melhoria da resistência mecânica de aços ARBL, atribuindo resistência e tenacidade. Sucedem de transformações bainíticas ou austeníticas. Apresentam grãos em forma de plaquetas irregulares e possuem grãos refinados (KRAUSS, 2005; SUNG *et al.*, 2017; ZHAO; *et al.*, 2005).

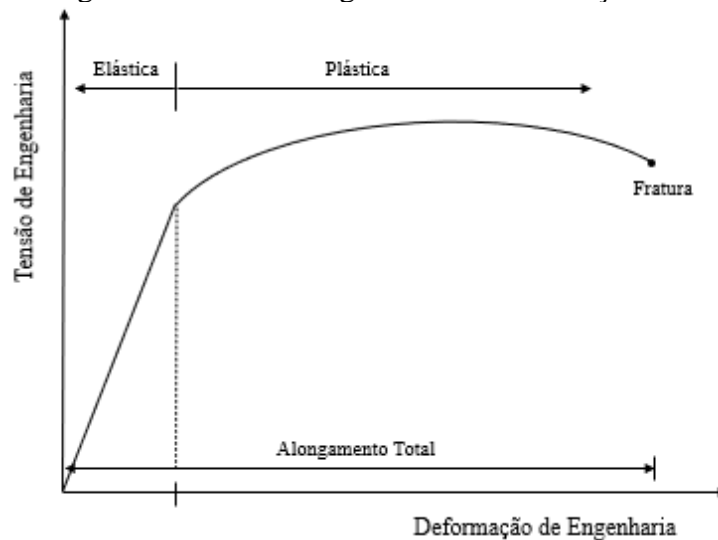
## 2.4 ENSAIO DE COMPRESSÃO

Na indústria do petróleo e de gás natural, os tubos de aço são instalados em altas profundidades, sendo submetidos a pressões externas (FAN *et al.*, 2017). Esses tubos sofrem tensões axiais no sentido de compressão. Para não colapsarem necessitam ter uma alta resistência à deformação à compressão (TRONSKAR; VADHOLM, 2015).

O ensaio de compressão decorre da aplicação de tensão na direção do eixo de carregamento em toda a seção transversal do corpo de prova. O procedimento retorna um diagrama de tensão versus deformação do material, onde é possível obter informações sobre o máximo de tensão que um material suporta até fraturar, indicando assim, a resistência mecânica à compressão, o módulo de elasticidade e a tensão de escoamento do aço (ASKELAND; FULAY; WRIGHT, 2010; MENTL; BYSTRICKY, 2008).

Nesse diagrama, há duas regiões importantes denominadas de deformação elástica e plástica. A deformação elástica ocorre quando o material sofre uma deformação, mas retorna à sua configuração inicial, enquanto a deformação plástica acontece quando todas as ligações atômicas são quebradas e o material se deforma de forma permanente. A região onde a deformação plástica começa é determinada por um padrão de medida em uma deformação de 0,2%. Para aços com uma alta ductilidade, é considerado uma deformação de até 0,5%, padrão que será utilizado para se obter o limite de escoamento (Figura 9) (KUHN; MEDLIN, 2000).

Figura 9 - Diagrama Tensão de Engenharia x Deformação de Engenharia



Fonte: Adaptado de Kuhn; Medlin (2000).

O corpo de prova para o ensaio de compressão é baseado na norma ASTM E 9. Este apresenta geometria cilíndrica ou prismática, e é achatado nas pontas para evitar a flambagem durante o ensaio (KUHNS; MEDLIN, 2000). O ensaio é realizado em uma máquina universal de ensaio (Figura 10), geralmente hidráulica ou eletromecânica.

Figura 10 - Máquina Universal de Ensaio



Fonte: MATERIALS TEST SYSTEMS (2021)

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 MATERIAIS

Para o desenvolvimento desse trabalho, estudou-se o efeito do envelhecimento térmico por meio do tratamento térmico leve em amostras retiradas de tubos de aço API 5L X65MO/PSL 2 produzidos na empresa Confab Industrial S/A – Pindamonhangaba/SP.

As chapas de aço que foram conformadas em tubos, passaram por um processo de laminação termomecânica. Durante o processo de fabricação de tubos, as chapas são deformadas a frio.

As amostras foram retiradas de 6 tubos com dimensões iguais a 558,8 mm de diâmetro e 36,5 mm de espessura. A composição química típica do aço API 5L X65MO é indicada na Tabela 2.

Tabela 2 - Composição química típica do aço API 5L X65MO.

	C	Mn	Si	Nb	Ti	V	Cu
% em peso	0.12	1.65	0.45	0.08	0.06	0.1	0.5 máx.

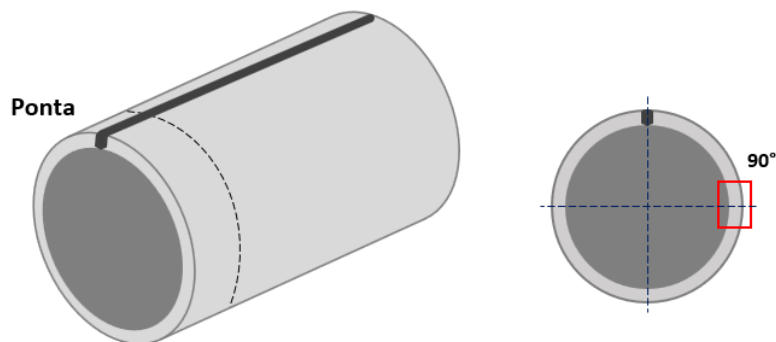
Fonte: Adaptado de AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE (2018)

## 3.2 MÉTODOS

### 3.2.1 Tratamento Térmico

Realizou-se a amostragem de uma ponta de 6 tubos, na direção tangencial, retirando ao todo 84 CPs (Figura 11).

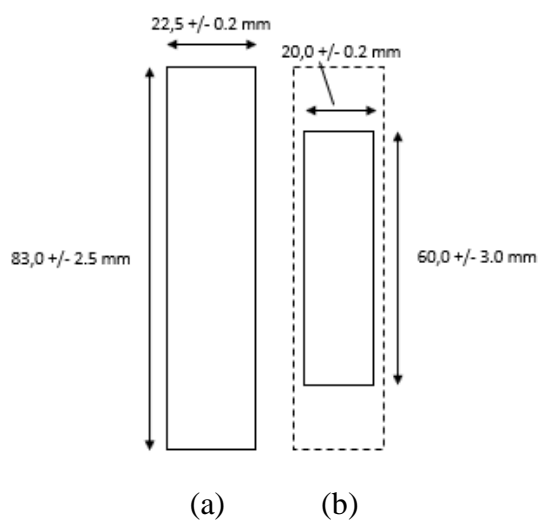
Figura 11 - Local de retirada dos CPs.



Fonte: Próprio autor.

Para as amostras sem tratamento térmico utilizou-se 24 CPs nas dimensões de  $20,0 \pm 0,20$  mm de diâmetro e  $60,0 \pm 3,0$  mm de comprimento. Para as amostras com o tratamento térmico, utilizou-se 60 CPs usinados conforme a norma ASTM A370 e E9 nas dimensões de  $22,5 \pm 0,20$  mm de diâmetro e  $83,0 \pm 2,5$  mm de comprimento, após o tratamento térmico essas CPs foram usinados novamente para ter a mesma dimensão que os CPs sem tratamento térmico, conforme indicado na Figura 12.

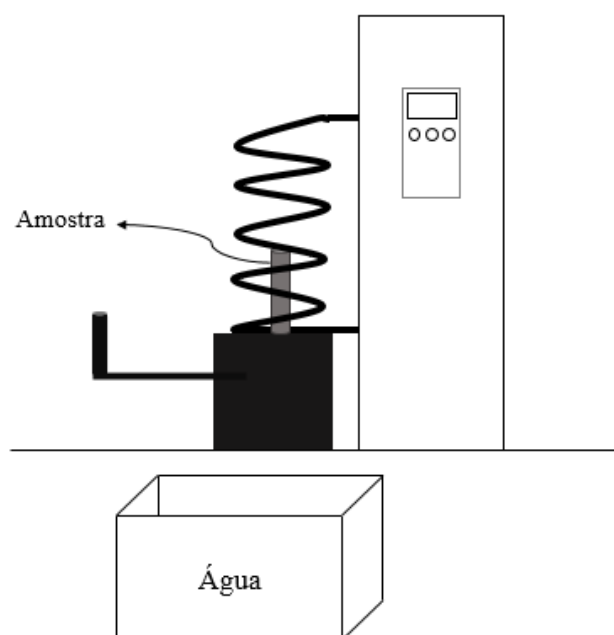
Figura 12 - Dimensão dos corpos de prova de ensaio de compressão. (a) Em tratamento térmico; (b) sem tratamento térmico.



Fonte: Próprio autor.

O tratamento térmico foi realizado em um forno de indução de programação manual (Figura 13) com resfriamento em água, nas temperaturas de 200°C e em 225°C em três tempos distintos, de 15s, 60s e 490s, com uma taxa de aquecimento de 3-6 °C/s, esquematizado na Tabela 3. Os tempos foram escolhidos de modo a ser factível em um processo de tratamento térmico industrial.

Figura 13 - Forno de indução.



Fonte: Próprio autor.

Tabela 3 - Resumo e parâmetros do forno de indução.

Parâmetro	Taxa [°C/s]	T [°C]	t [s]
Como fabricado	-	-	-
			15
TT 1	3-6	200	60
			490
			15
TT 2	3-6	225	60
			490

Fonte: Próprio autor.

### 3.2.2 Ensaio de Compressão

Os ensaios de compressão foram realizados ao todo em 84 CPs, no laboratório da Confab Industrial S/A – Pindamonhangaba/SP, na máquina universal de ensaio de compressão com bomba hidráulica de capacidade de 250kN da marca MST modelo 370.25, na orientação de 180°. A avaliação do limite de escoamento do material será considerando em uma deformação de 0,5%.

Realizou-se os ensaios de compressão com o intuito de comparar a variação do limite de escoamento em função da temperatura e tempo e analisar as melhores condições de um envelhecimento térmico.

### 3.2.3 Micrografia

Realizaram-se análises por microscopia óptica das amostras como fabricada. Com o propósito de analisar a microestrutura e identificar microconstituintes no material. Essas amostras foram preparadas submetendo-as ao processo de lixamento em um equipamento rotativo com uso de abrasivo, a fim de eliminar qualquer imperfeição na superfície do material. Em seguida, a amostra passou por um processo de polimento e foi atacada com Nital 2% e analisada no microscópio com aumento de 100, 200X e 500X laboratório da Confab Industrial S/A – Pindamonhangaba/SP.

### **3.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura**

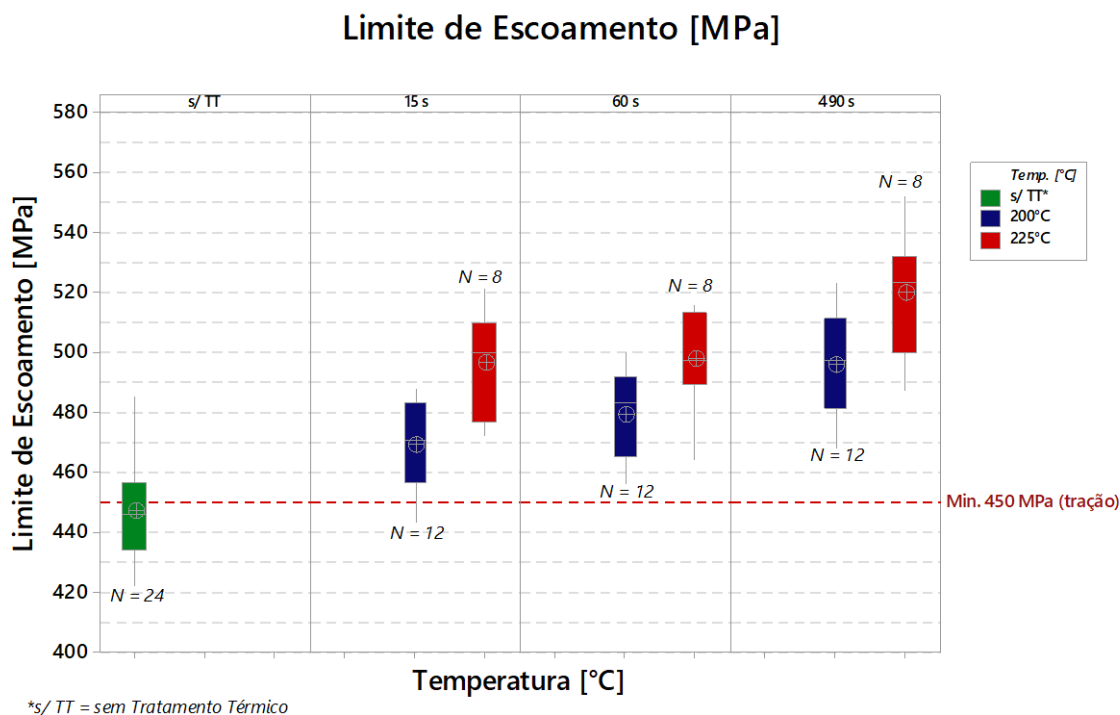
As análises por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas em três amostras, a sem tratamento térmico, a tratada em 200°C em 15s e a tratada em 225°C em 15s. Com o propósito de avaliar melhor a microestrutura das amostras que passaram por um tratamento térmico leve. As amostras foram preparadas igualmente à análise por microscopia óptica e foram analisadas em 1000X e 2000X no laboratório da Confab Industrial S/A – Pindamonhangaba/SP.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 ENSAIO DE COMPRESSÃO

A variação do limite de escoamento em uma deformação de 0,5% das amostras sem tratamento e das tratadas termicamente em 200 e 225°C estão apresentadas na Figura 14. É possível notar o aumento do limite de escoamento com o aumento do tempo do tratamento térmico e uma temperatura mais elevada. Constata-se também que a maioria das amostras sem tratamento térmico se encontram abaixo do limite de escoamento mínimo de tração indicado pela norma API 5L, de 450 MPa, diferentemente das amostras tratadas termicamente. A norma API 5L não tem especificação para ensaio de compressão.

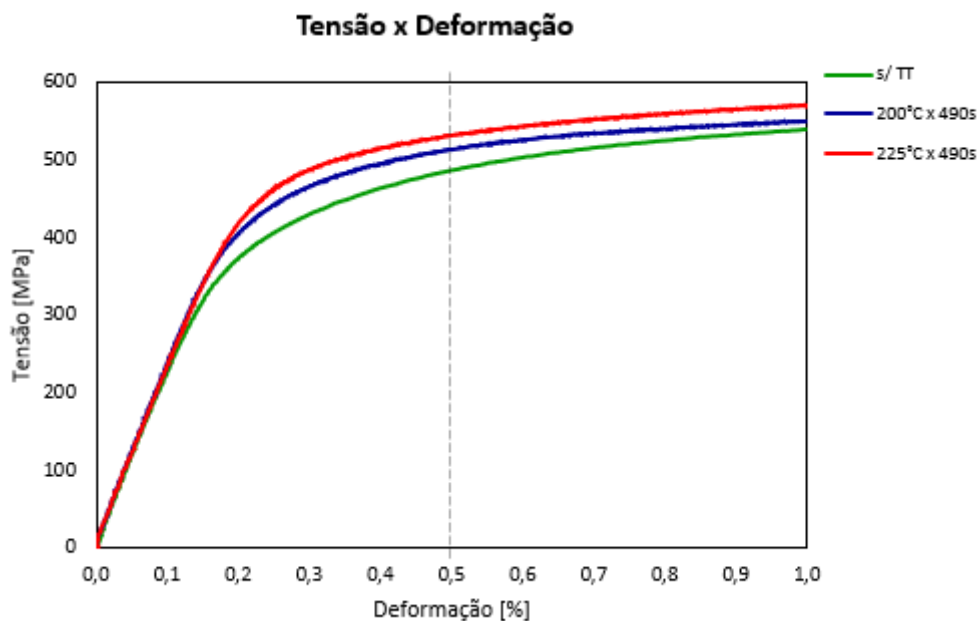
Figura 14 - Limite de Escoamento nas temperaturas de 200 e 225°C.



Fonte: Próprio autor.

Através do diagrama de tensão-deformação (Figura 15), considerando o maior limite de escoamento obtido em cada temperatura, sendo esse referente ao tempo de 490s, o aço tratado termicamente passa a suportar maiores tensões em uma mesma deformação que um aço sem tratamento térmico, provocando um aumento na resistência mecânica do material.

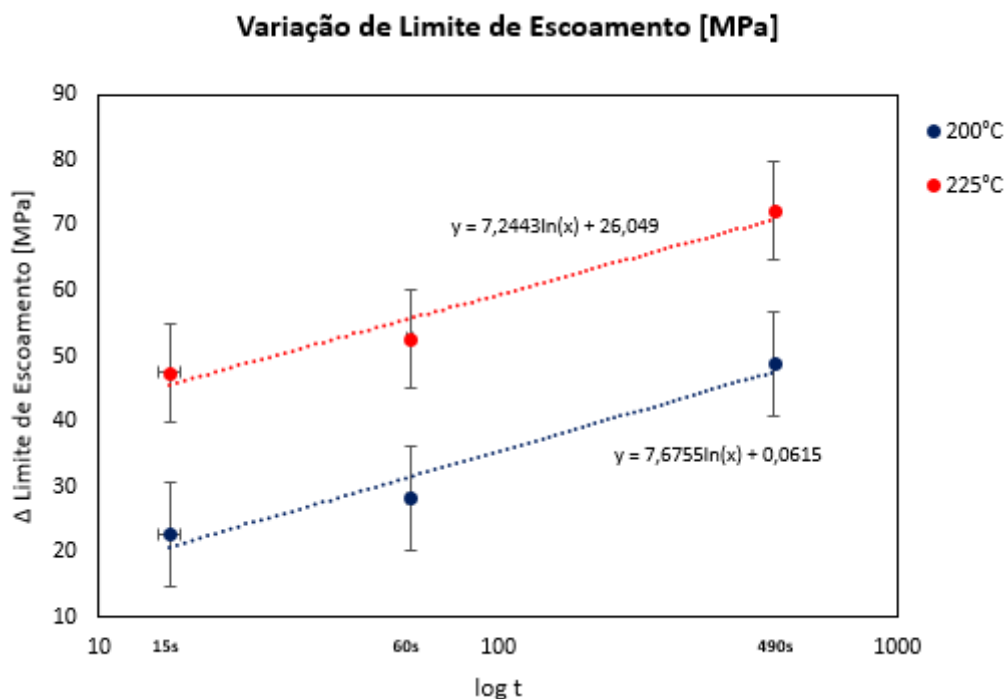
Figura 15 - Curvas Tensão x Deformação nos tempos de 490s.



Fonte: Próprio autor

Ao comparar o aumento do limite de escoamento (LE) entre as duas temperaturas de tratamento, nota-se um aumento de maior relevância na temperatura de 225°C. Esse comportamento é mais bem observado na Figura 16, onde é possível notar um delta LE em uma faixa de 45 a 70 MPa, ao decorrer do aumento do tempo de envelhecimento. Já na temperatura de 200°C o delta LE se encontra numa faixa de 20 a 50 MPa. Esse comportamento ocorre devido ao efeito que a temperatura tem sobre a concentração de C e N dissolvidos na matriz de ferrita. Com o aumento de temperatura esses elementos tendem a segregar cada vez mais para os interstícios, travando a mobilidade das discordâncias, as quais foram inseridas por meio da deformação a frio, processo que as chapas de aço passam ao virarem tubos.

Figura 16 – Curva da variação do limite de escoamento em função de log do tempo.



A cinética de envelhecimento pode ser obtida da equação (3), onde todas as variáveis são conhecidas, exceto o valor de Q, essa deve ser comparada com a energia de ativação para difusão dos elementos na matriz responsáveis pelo envelhecimento.

Por meio da Figura 16 foi possível realizar uma análise similar ao que Rashid (1976) fez para calcular a energia de ativação para a difusão dos elementos intersticiais. Para um mesmo aumento de limite de escoamento (delta LE), têm-se duas combinações de tempo-temperatura que podem ser substituídas na equação. Dentre os pontos experimentais observados, em 200°C no tempo de 490 tem-se aproximadamente um delta LE de 50 MPa e em 225°C o tempo mais próximo de 50 MPa é o de 60s. Portanto, têm-se as combinações 490s – 200°C e 60s – 225°C. Para a constante dos gases (R) usou-se o valor de 8,3145 J/mol K. O valor de Q pode ser estimado como:

$$\ln\left(\frac{60}{490}\right) = \left(\frac{Q}{8,3145}\right) \left[\left(\frac{1}{(200+273)}\right) - \left(\frac{1}{(225+273)}\right)\right]$$

$$Q = 164,52 \text{ kJ/mol}$$

A energia de ativação encontrada de 164,52 kJ/mol é maior do que a constatada por Stephenson (1965) para a difusão de carbono em aço carbono puro, de 83,68 kJ/mol, e é similar a descrita por Rashid (1976) para aços ARBL, de 140,83 kJ/mol.

Essa diferença entre a energia de ativação de aços ARBL e carbono puro, é constatada por Rashid (1976), o qual afirma ser decorrente da variação na composição química dos aços. A presença de microligantes acaba por dificultar a segregação dos elementos intersticiais (C e N) para o pé das discordâncias, diminuindo a tendência de envelhecimento e assim necessitando de uma energia maior para ativar a difusão deles.

Em relação a distinção da energia de ativação para aço ARBL encontrada nesse trabalho com o estudo de Rashid (1976), as amostras de seu estudo foram submetidas a envelhecimentos mais longos como, de 5 min a 11 dias, a 150°C. Há outros fatores para se levar em conta, um deles é a presença de uma pré deformação, com uma quantidade de deformação maior o aço fica mais suscetível ao envelhecimento, conseqüentemente tendo um  $Q$  menor. A microestrutura final e a densidade de discordâncias nos aços estudados, também impactariam nessa diferença entre as energias de ativação.

#### 4.2 MICROGRAFIA

A micrografia de uma amostra sem tratamento térmico com ampliação de 100, 200 e 500X estão representadas na Figura 17, Figura 18 e Figura 19 respectivamente. Percebe-se que a amostra apresenta uma microestrutura predominantemente ferrítica, representada pela fase clara, com distribuição uniforme, e perlita, representada pela fase de cor escura.

Por meio da Figura 17 e Figura 18, nota-se que os grãos são bem delimitados e refinados. Essa microestrutura é característica de um processo de laminação abaixo de 950°C, na região de não recristalização, como mostrado na Figura 7. Os grãos apresentam bandas de deformação, no sentido da laminação e, aparece também um ponto preto referente a uma impureza presente na amostra.

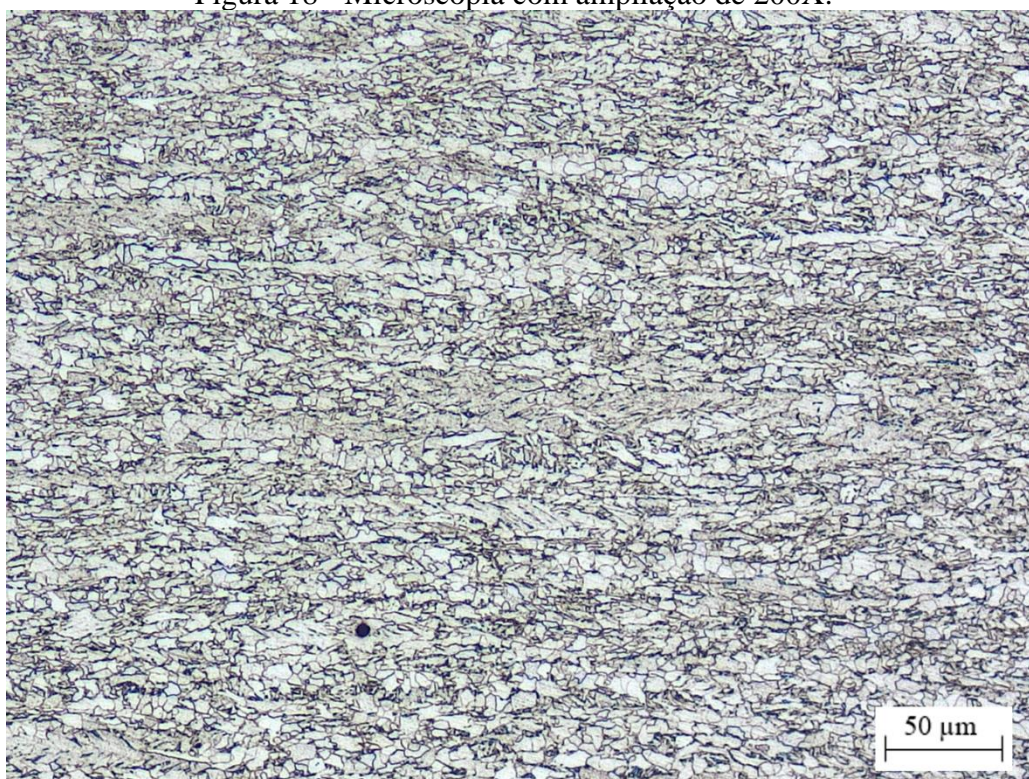
Na Figura 19, ampliação de 500X, atenta-se para uma variedade no tamanho de grão e seu formato irregular, semelhante a ferrita acicular. A ferrita acicular é provocada por um resfriamento mais acelerado após o TMCP, possibilitando uma transformação acentuada de austenita em ferrita, tendo como característica uma elevada resistência mecânica.

Figura 17 - Microscopia com ampliação de 100X.



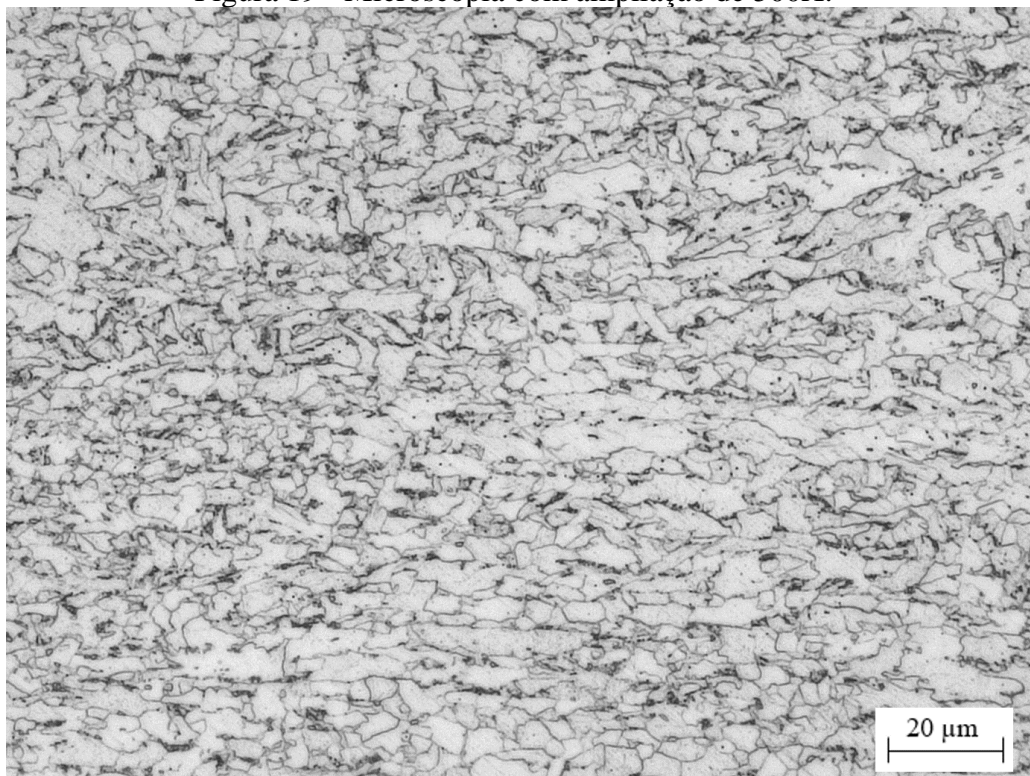
Fonte: Próprio autor.

Figura 18 - Microscopia com ampliação de 200X.



Fonte: Próprio autor.

Figura 19 - Microscopia com ampliação de 500X.



Fonte: Próprio autor.

### 4.3 MEV

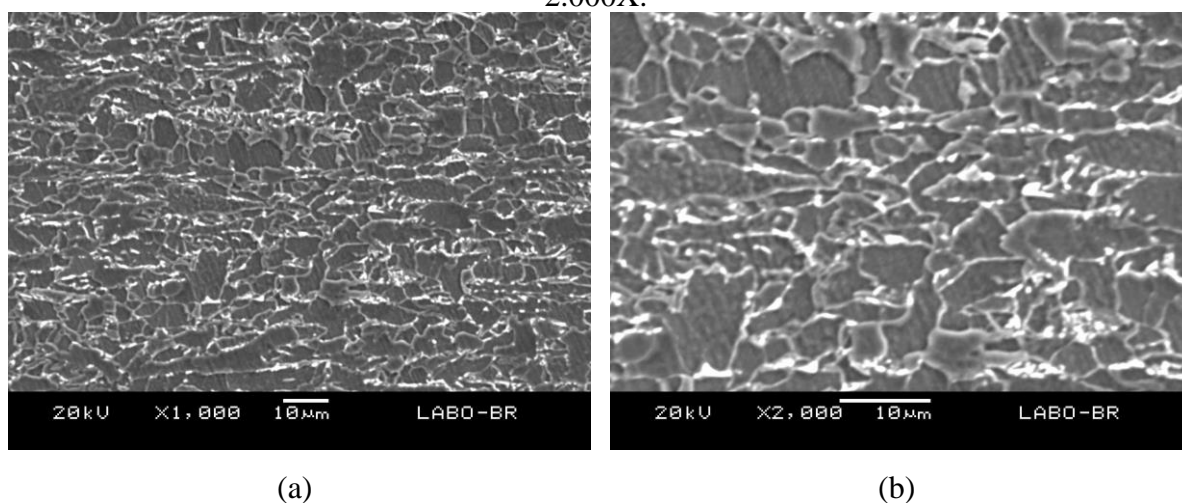
Em uma amostra sem tratamento térmico e nas tratadas a 200 e 225°C em 15s fez-se uma microscopia eletrônica de varredura nas ampliações de 1.000X e 2.000X para melhor avaliação da microestrutura em relação ao tratamento térmico leve, os resultados encontram-se nas Figura 20, Figura 21 e Figura 22.

Analisando a Figura 20, observa-se que está de acordo com sua microscopia óptica. Na ampliação de 2.000X constata-se uns riscos no interior dos grãos que são provenientes da preparação das amostras.

Já na Figura 21 nota-se uma faixa de grãos alongados no sentido da laminação, com grãos de ferrita irregulares e uma microestrutura menos refinada quando comparada a amostra sem tratamento térmico.

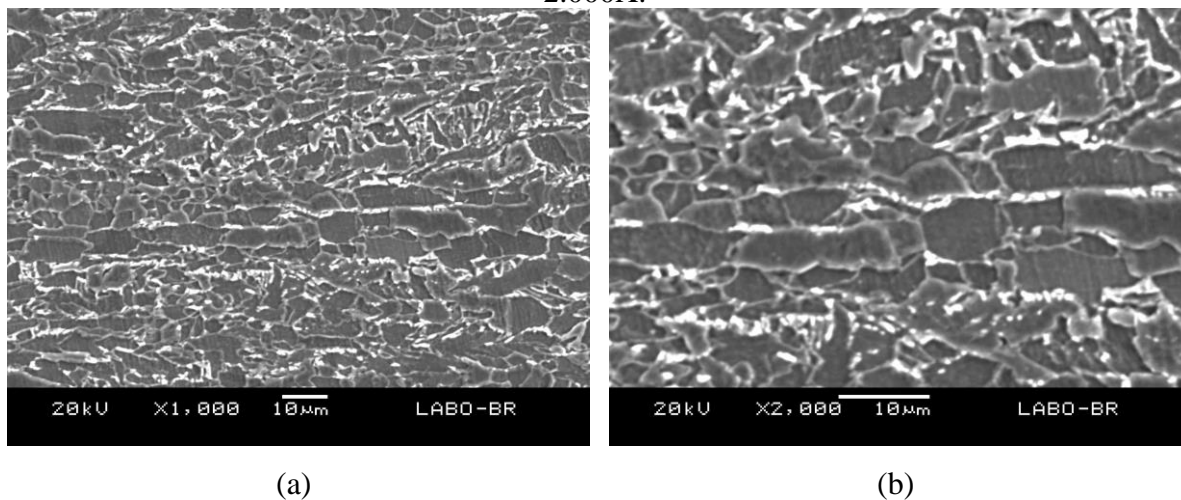
A Figura 22 se assemelha bastante do MEV da amostra tratada a 200°C, percebe-se a existência de alguns grãos alongados e irregulares de ferrita.

Figura 20 - MEV de amostra sem tratamento térmico em ampliação de (a) 1.000X e (b) 2.000X.



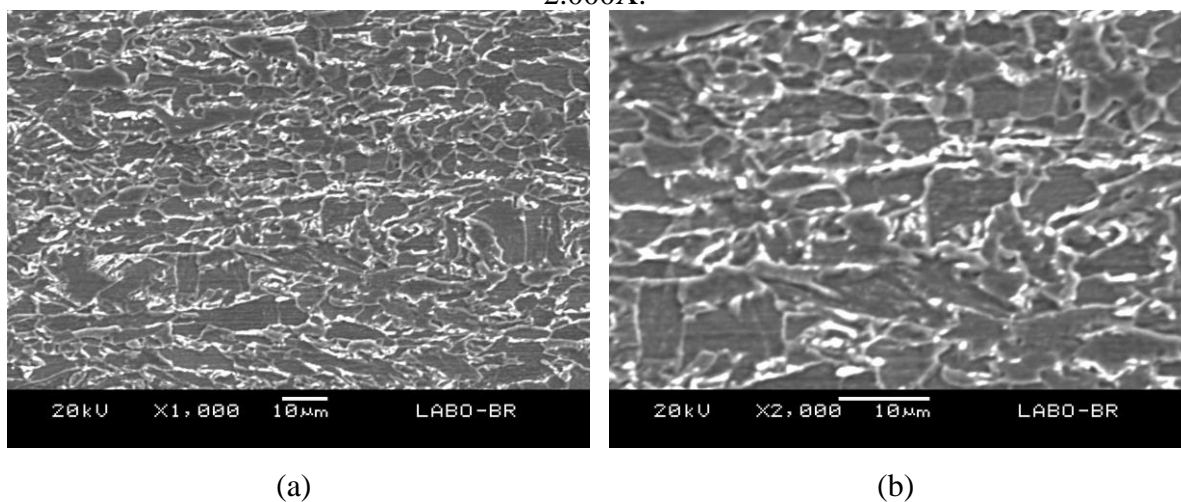
Fonte: Próprio autor.

Figura 21 - MEV de amostra tratadas a 200°C em 15s em ampliação de (a) 1.000X e (b) 2.000X.



Fonte: Próprio autor.

Figura 22 - MEV de amostra tratadas a 225°C em 15s em ampliação de (a) 1.000X e (b) 2.000X.



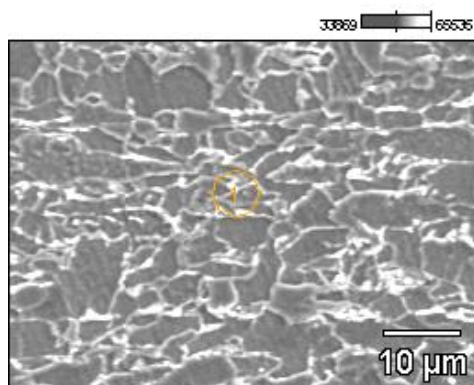
Fonte: Próprio autor.

Fez-se também uma caracterização composicional qualitativa, por EDS (Espectroscopia por Energia Dispersiva), na amostra sem tratamento para observar os elementos químicos compostos no aço, mostrados na Figura 23 e Figura 24.

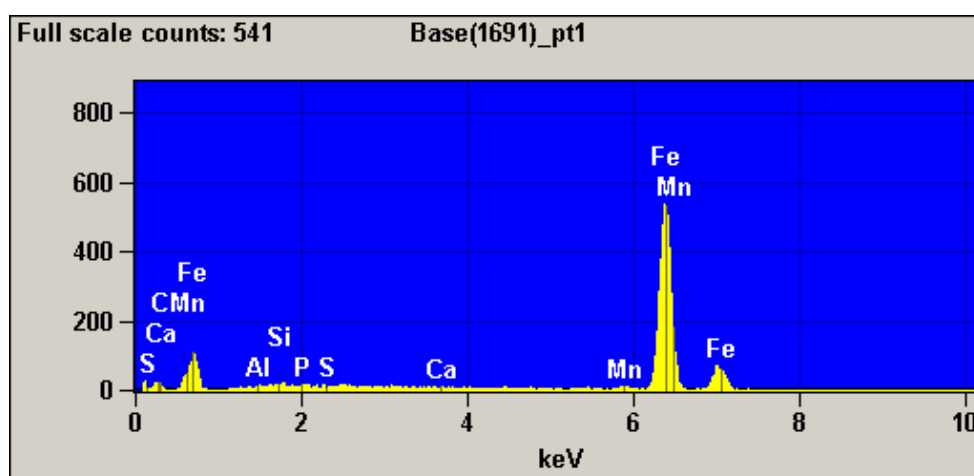
Entre os elementos químicos encontrados, os mais significativos são os elementos referentes a matriz do aço, Fe e o C. Os elementos P e Ca, se encontram em % irrelevantes, portanto, nenhum precipitado foi identificado.

Por meio da Figura 24 constatou-se uma pequena presença de Si e Mn, não sendo suficiente para serem caracterizadas como carbonetos.

Figura 23 - Análise da composição química qualitativa via EDS pontual em ampliação de 2.000X.

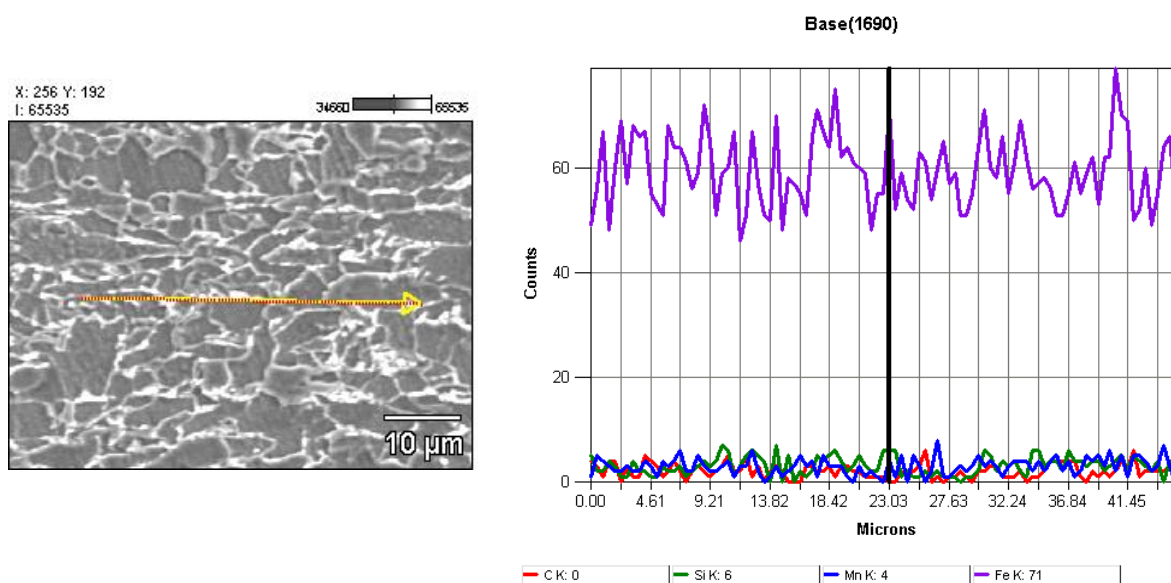


	% em massa
C	8.60
Si	0.31
P	0.22
Ca	0.02
Mn	1.58
Fe	89.27



Fonte: Próprio autor.

Figura 24 - Análise da composição química qualitativa via EDS em linha em ampliação de 2.000X.



Fonte: Próprio autor.

## 5 CONCLUSÃO

Este trabalho teve como objetivo principal estudar o efeito do envelhecimento térmico na propriedade mecânica de compressão em tubos de aço de grau API 5L X65MO.

Foi possível observar que o envelhecimento térmico ocorre no tratamento térmico leve proposto e uma mudança nas propriedades mecânicas do aço foi notada.

Os resultados do ensaio de compressão mostram que a partir do efeito do envelhecimento térmico, o limite de escoamento aumenta de forma significativa.

Ainda dos resultados de ensaio de compressão, foi verificada a influência da temperatura e do tempo na progressão do envelhecimento do aço. As amostras que foram tratadas em uma temperatura maior, condição TT2, obtiveram limites de escoamento superior às amostras da condição TT1, o mesmo efeito foi observado com o aumento do tempo de tratamento térmico, indicando coerência com a ocorrência da atmosfera de Cottrell.

O avanço do envelhecimento pôde ser descrito pela relação de Arrhenius, sendo associada a energia de ativação necessária a difusão dos elementos intersticiais. O valor da energia de ativação encontrado nesse trabalho é similar ao reportado em outros estudos com aços ARBL.

Foram encontrados majoritariamente ferrita e perlita na microestrutura das amostras sem tratamento térmico e tratadas termicamente. Os grãos refinados e irregulares, descritos como ferrita acicular, além de não apresentar nenhum precipitado.

## REFERÊNCIAS

- AL-SHARIF, A. M.; PRESTON, R. Improvement in UOE pipe collapse resistance by thermal aging. **Proceedings of The Annual Offshore Technology Conference**, Houston, v. 4, n. 2, p. 579–588, 1996.
- AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. **API Specification 5L**: line pipe. 46<sup>th</sup> ed. 2018.
- ASKELAND, D. R.; FULAY, P. P.; WRIGHT, W. J. **The science & engineering of materials**. 6<sup>th</sup> ed. Stamford: CL Engineering, 2010.
- BAIRD, J. D. The effects of strain-ageing due to interstitial solutes on the mechanical properties of metals. **Metallurgical Reviews**, London, v. 16, n. 1, p. 1–18, 1971.
- BHADESHIA, H.K.D.H.; HONEYCOMBE, R.W.K. **Steels and properties**. 3<sup>rd</sup> ed. Cambridge: Butterworth-Heinemann, 2006.
- CABALLERO, F. G. *et al.* Bake hardening in low and medium carbon steels. **Materials Science and Engineering**, v. 59, n. 1, p. 42–52, 2014.
- CAHN, R. W. **Physical metallurgy**. 4<sup>th</sup> ed. Amsterdam: American Elsevier Publishing Company, 1970.
- CALLISTER, W. D. J. **Ciência e engenharia de materiais**: uma introdução. 5 ed. Utah: LTC, 1999.
- COTTRELL, A. H.; BILBY, B. A. Dislocation theory of yielding and strain ageing of iron the steady non-uniform state for a liquid. **Proc. Phys. Soc. A**, Birmingham, v. 62, p. 49–62, 1949.
- DE, A K *et al.* Effect of dislocation density on the low temperature aging behavior of an ultra-low carbon bake hardening steel. **Journal of Alloys and Compounds**, Ghent, 2000.
- DEBALAY, C. **Development of bimodal grain structures and their effect on toughness in HSLA steel**. 2007. Thesis (PhD) – University of Birmingham, Department of Metallurgy and Materials, School of Engineering, Birmingham, 2007.
- FAN, Z. *et al.* Effect of axial length parameters of ovality on the collapse pressure of offshore pipelines. **Thin-Walled Structures**, Tianjin, v. 116, p. 19–25, 2017.
- KRAUSS, G. **Steels**: processing, structure, and performance. 2<sup>nd</sup> ed. Ohio: ASM International, 2005.
- KUHN, H.; MEDLIN, D. **ASM Handbook**: mechanical testing and evaluation. Ohio: ASM International, v. 8, 2008.
- LI, C. C.; LESLIE, W. C. Effects of dynamic strain aging on the subsequent mechanical properties of carbon steels. **Metallurgical Transactions A**, Karabuk, v. 9, n. 12, p. 1765–1775, 1978.

MATERIALS TEST SYSTEMS. **LandMark® Servohydraulic Test Systems**, 2021.

MENTL, V.; BYSTRICKY, J. Compression tests of high strength steels. **Advanced Materials Research**, West Bohemia, v. 59, p. 293–298, 2008.

MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Mechanical behavior of materials**. Cambridge University, Cambridge, 2009.

NISHIOKA, K.; ICHIKAWA, K. Progress in thermomechanical control of steel plates and their commercialization. **Science and Technology of Advanced Materials**, Tokyo, v. 13, n. 2, 2012.

PANDA, A. K.; GANGULY, R. I.; MISRA, S. Studies on kinetics of strain ageing in Nb, Ti, V-bearing HSLA steels and a dual-phase steel. **Steel Research**, Amedabade, v. 63, n. 3, p. 131–136, 1992.

PERELOMA, E.; TIMOKHINA, I. **Bake hardening of automotive steels**. Wollongong: Elsevier Ltd, 2017.

PORTER, D. A.; EASTERLING, K. E.; MOHAMED, Y. **Phase transformations in metals and alloys**. 3<sup>rd</sup> ed., Florida: CRC Press, 2009.

RASHID, M. S. Strain aging kinetics of vanadium or titanium strengthened high-strength low-alloy steels. **Metallurgical Transactions A**, Michigan, v. 7, n. 3, p. 497–503, 1976.

REED-HILL, R. E.; ABBASCHIAN, R. **Physical metallurgy principles**. Boston: Publishing Company, Boston, 1992.

RUSSELL, A. M.; LEE, K. L. **Structure-property relations in nonferrous metals**. New Jersey, Wiley, 2005.

SEKINO, S.; FUJISHIMA, T. Yield stress and other tensile properties of nitrogen or carbon charged pure iron. **Transactions of the Japan Institute of Metals**, Tokyo, v. 7, 1966.

SOURISSEAU, S. **The global iron and steel industry: from a bilateral oligopoly to a thwarted monopsony**, Paris, 2018.

STALHEIM, D. G. **Recrystallization behaviors in the production of structural steels**. Vancouver, p. 168–177, 2017.

STEPHENSON, E. T. The activation energy of snoek relaxations in Bcc metals. **Trans. Met. Soc. AIME**, [s. l.], 1965.

SUNG, H. K. *et al.* Effects of C and Si on strain aging of strain-based API X60 pipeline steels. **Metals and Materials International**, Jinju, v. 23, n. 3, p. 450–458, 2017.

SUNG, H. K. *et al.* Effects of finish cooling temperature on tensile properties after thermal aging of strain-based API X60 linepipe steels. **Metallurgical and Materials Transactions A: physical metallurgy and materials science**, Jinju, v. 46, n. 9, p. 3989–3998, 2015.

TRONSKAR, J. P.; VADHOLM, T. Advances in linepipe material and welding. **Offshore Pipeline Technology Asia Conference**, Kuala Lumpur, 2015.

WANG, S. C.; YANG, J. R. Effects of chemical composition, rolling and cooling conditions on the amount of martensite/austenite (M/A) constituent formation in low carbon bainitic steels. **Materials Science and Engineering A**, Kaohsiung, v. 154, n. 1, p. 43–49, 1992.

WILSON, D.; RUSSELL, B. The contribution of atmosphere locking to the strain-ageing of low carbon steels. **ACTA METALLURGICA**, Birmingham, v. 8, 1960.

ZHAO, M. *et al.* Difference in the role of non-quench aging on mechanical properties between acicular ferrite and ferrite-pearlite pipeline steels. **ISI International**, Tokyo, v. 45, n. 1, p. 116–120, 2005.

ZHAO, M. C.; YANG, K.; SHAN, Y. The effects of thermo-mechanical control process on microstructures and mechanical properties of a commercial pipeline steel. **Material Science and Engineering**, Tokyo, 2002.

**BIBLIOGRAFIA CONSULTADA**

LESLIE, W.C. **The physical metallurgy of steels**. London: McGraw-Hill International Book Company, p. 201-205, 1981

PADILHA, A. F. **Materiais de engenharia: microestrutura e propriedades**. Curitiba: Hemus, 2000.

PADILHA, A. F.; SICILIANO, F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. São Paulo: ABM, 2002.