


Avaliação da possibilidade de aplicação de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações como mecanismo de refino microestrutural e incremento de propriedades mecânicas em aços API-OCTG

José Márcio da Rocha ¹

Junia Ananias ²

Geraldo Lúcio de Faria ^{3*} 

Resumo

Os aços API-OCTG graus K55 e T95 são importantes materiais de engenharia atualmente especificados para fabricação de tubos sem costura para aplicação nos processos de extração de óleo e gás. Considerando a crescente demanda destes produtos com cada vez melhores relações entre resistência mecânica e tenacidade ao impacto, este trabalho se propôs a investigar os efeitos de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações sobre a evolução microestrutural e as propriedades mecânicas de dois aços com composições químicas que atendem os requisitos dos referidos graus. Simulações termodinâmicas computacionais e ensaios dilatométricos foram utilizados para se determinar temperaturas críticas de austenitização e a susceptibilidade à formação de carbonetos nos aços estudados. Sucessivos tratamentos térmicos de normalização foram planejados e executados. Por meio da aplicação de técnicas de caracterização microestrutural (MEV-STEM) e de ensaios mecânicos de dureza, tração e impacto Charpy, mostrou-se que os tratamentos térmicos de múltiplas normalizações tiveram efeito positivo sobre o refino microestrutural dos dois aços. Os efeitos mais significativos foram observados até o segundo ciclo de normalização, sendo pequenas as diferenças microestruturais e de propriedades mecânicas entre o segundo e o terceiro ciclo. O efeito das múltiplas normalizações foi mais pronunciado para o grau T95, onde a diminuição do tamanho de grão austenítico prévio, as redistribuições de soluto e de precipitados propiciaram melhoria significativa das propriedades mecânicas.

Palavras-chave: Aços API; Múltiplas normalizações; Refino microestrutural; Propriedades mecânicas.

Evaluation of multiple normalizing heat treatments as mechanism of microstructural refinement and mechanical properties improvement in API-OCTG steels

Abstract

The API-OCTG steels grades K55 and T95 are important engineering materials specified, nowadays, as raw-material for the manufacturing of seamless pipes used in oil and gas extraction processes. Considering the growing demand for these products with increasingly better mechanical strength and impact toughness ratio, this work proposed to investigate the effects of multiple normalizing heat treatments on the microstructural evolution and mechanical properties of two steels with chemical compositions that meet the requirements of the abovementioned grades. Computational thermodynamic simulations and dilatometric tests were carried out to determine critical austenitizing temperatures and the steel susceptibility to carbide formation. Successive normalizing heat treatments were planned and executed. Applying microstructural characterization techniques (MEV-STEM) and mechanical tests (hardness, tensile test, Charpy impact test), it was shown that multiple normalizing heat treatments had a positive effect on the microstructural refining of the both studied steels. The most significant effects were observed until to the second normalizing cycle. There were not great differences between microstructure and mechanical properties measured for the second and the third cycles. This effect was more pronounced

¹ Engenharia de Materiais, Rede Temática em Engenharia de Materiais, Ouro Preto, MG, Brasil.

² Engenharia de Bioprocessos, Universidade Federal de São João del-Rei – UFSJ, Ouro Branco, MG, Brasil.

³ Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP, MG, Brasil.

*Autor correspondente: geraldofaria@yahoo.com.br.



for grade T95, where the decrease of the previous austenitic grain size, solute and precipitate redistributions provided significant improvements in mechanical properties.

Keywords: API steels; Multiple normalizing; Microstructural refinement; Mechanical properties.

1 Introdução

Nos últimos anos, o segmento industrial de óleo e gás vem aumentando significativamente a sua produção, impulsionando assim os investimentos em tecnologia para a extração e transporte dos hidrocarbonetos. Segundo a Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis, nos últimos 10 anos, verificou-se um aumento de aproximadamente 53% na produção diária de barris de óleo equivalente no País [1]. No Brasil, o pré-sal se destaca como uma importante reserva de óleo leve ($^{\circ}\text{API} > 31$), de alta qualidade e com elevado valor comercial. Esta realidade coloca o País em uma posição estratégica face à crescente demanda mundial por energia. Em 2020, o Brasil apresentou recorde na produção de petróleo e gás natural, totalizando 3,74 milhões de barris de óleo equivalente por dia [1,2]. Entretanto, usufruir dessa riqueza traz grandes desafios tecnológicos, pois, o pré-sal está em uma camada de rochas porosas localizadas entre cinco e seis mil metros abaixo do leito submarino e a aproximadamente 400km da costa litorânea. Neste contexto, existe a necessidade que se desenvolvam projetos estruturais muito robustos que tornem seguros e viáveis os processos de extração e condução dos hidrocarbonetos em ambientes tão agressivos aos materiais em termos de variação de temperatura, corrosão e esforços mecânicos. É nesse cenário que a demanda por tubos de aços de elevada resistência mecânica e alta tenacidade vem crescendo fortemente no mercado nacional e internacional [2-4].

Existem dois grupos de aplicação de produtos tubulares de aço na indústria de hidrocarbonetos: (a) tubos para a condução (*pipelines*) [5] e (b) tubos empregados nas operações de exploração e produção de óleo e gás, geralmente denominados *Oil Country Tubular Goods (OCTG)* [6]. Os produtos *OCTG* consistem basicamente nos tubos de perfuração de poços (*drill pipes*), nas colunas de revestimento dos mesmos (*casing*) e nos tubos de produção (*tubing pipes*) utilizados para a extração de óleo e gás dos poços. Estes estão sujeitos a condições mais agressivas de trabalho do que os *pipelines* e, portanto, precisam atender a exigentes requisitos de composição química e propriedades mecânicas estipulados pela norma API-5CT para garantir o seu bom desempenho durante a aplicação [6-8].

Segundo a norma API-5CT [6], que também regulamenta as rotas de fabricação, os produtos *OCTG* podem ser fabricados por meio de laminação de tubos sem costura aplicado a aços de alta resistência mecânica e baixa liga (ARBL). Como este tipo de laminação não consiste em um processamento termomecânico, o ajuste final da microestrutura e, conseqüentemente, das propriedades mecânicas dos tubos é alcançado em uma etapa posterior

de tratamentos térmicos, sendo a normalização, a têmpera e o revenimento os mais usualmente empregados [3,6-8]. Com os crescentes desafios relacionados à exploração dos hidrocarbonetos em condições cada vez mais agressivas, em associação ao fato de que na indústria petrolífera o custo fixo das instalações é particularmente elevado, o uso de materiais com uma boa relação entre resistência mecânica e tenacidade ao impacto em baixas temperaturas vem sendo cada vez mais desejada. Quanto melhor for esta relação, mais poder-se-á utilizar estruturas tubulares com menores espessuras de parede e mais leves, garantindo-se o mesmo desempenho mecânico a um menor custo [3,9-11].

A norma API-5CT classifica os diversos produtos tubulares de aço em graus definidos com base em requisitos químicos e de propriedades. O grau K55, por exemplo, consiste em um aço de alta resistência mecânica e baixa liga (ARBL) cuja composição química é limitada pela norma apenas em termos de valores máximos de S e P (0,03% para ambos) que são fragilizantes, podendo os demais elementos químicos serem definidos pelo fabricante de forma a obter produtos que atendam aos requisitos de propriedades mecânicas e soldabilidade. O grau K55 é destinado a aplicação como revestimento de poços (*casing*) e, segundo a norma API-5CT, pode ser manufaturado por laminação sem costura seguido de tratamento térmico de normalização ou têmpera e revenimento, devendo apresentar limite de escoamento em tração entre 379 MPa e 552 MPa, assim como limite de resistência mínimo de 655 MPa.

O grau T95 é destinado a tubos de produção (*tubing pipe*) e sua especificação química é mais restritiva, permitindo concentrações máximas em peso de carbono e manganês de, respectivamente, 0,35% e 1,20%. Este grau se caracteriza pelas adições de Cr e Mo, sendo os valores mínimos e máximos: Cr (0,40% mín.; 1,5% máx.); Mo (0,25% mín.; 0,85% máx.). Nele, pode-se adicionar ainda até 0,99% de Ni. Este grau é especificado atualmente para fabricação por laminação sem costura seguida de tratamentos térmicos de têmpera e revenimento de forma a alcançar limites de escoamento e de resistência mínimos de, respectivamente, 655 MPa e 724 MPa [6].

Uma vez que os requisitos de resistência mecânica precisam ser alcançados, visando se obter também produtos com boa tenacidade ao impacto, os processos de fabricação devem ser delineados de forma a ativar os mecanismos de endurecimento mais adequados. Em relação ao grau K55, quando normalizado, a sua microestrutura é constituída por ferrita e perlita. Quanto mais refinada for a microestrutura, melhor será a relação entre os indicadores de resistência mecânica e a tenacidade ao impacto [3,10-14]. Em relação ao grau T95, quando temperado, ele é constituído

majoritariamente por martensita com ilhas de constituinte MA (martensita-austenita retida). Nesta condição, ele se apresenta com elevada resistência mecânica, porém com tenacidade limitada, sendo o revenimento responsável pelo ajuste final de propriedades [6]. No entanto, para estas composições químicas, ao se considerar o clássico processo de laminação de tubos sem costura seguido de normalização ou tempera e revenimento, o limiar em termos de ajuste microestrutural buscando aumento de resistência mecânica e de tenacidade ao impacto parece ter sido alcançado, não sendo relatados grandes desenvolvimentos nos últimos anos. Caso novas rotas de tratamentos térmicos, quando aplicadas nestes aços, permitissem extrapolar o que já se consegue atualmente, elas seriam muito bem-vindas, pois, com a utilização de materiais mecanicamente mais resistentes e com boa ductilidade, tubos de paredes mais finas poderiam ser utilizados com segurança nos projetos do setor de óleo e gás, diminuindo significativamente os custos de implantação e manutenção dos poços de exploração.

Neste sentido, observa-se que um aspecto ainda muito pouco explorado em linhas industriais de fabricação de tubos sem costura, vem ganhando destaque na fabricação de produtos de aço de ultraelevada resistência mecânica e boa tenacidade para aplicações na indústria aeroespacial, automotiva e militar. Em cenários onde não é possível a utilização de laminação termomecânica, tratamentos térmicos cíclicos como ferramenta para o refino de grão austenítico vêm sendo utilizados com sucesso em aços baixo carbono com adição de elementos bons formadores de carbonetos como Nb, Cr, Mo entre outros [14-19]. Alguns autores têm mostrado que sucessivos ciclos térmicos de austenitização, realizados em sequência, têm apresentado bom potencial para promover a diminuição do tamanho de grão austenítico e, assim, refinar a microestrutura final após normalização ou tempera [14-19]. Autores têm destacado que a resistência mecânica, a tenacidade ao impacto e a temperatura de transição dúctil-frágil de alguns aços podem ser melhoradas por meio da utilização de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações ou múltiplas têmperas [14-19]. Segundo a literatura encontrada, como a nucleação da austenita na etapa de austenitização é heterogênea, caso a temperatura de austenitização seja ligeiramente acima de A_{c3} e o aço possua mecanismos que restrinjam a mobilidade dos contornos de grãos austeníticos, como precipitados por exemplo, a cada ciclo de austenitização, o tamanho de grão austenítico poderá diminuir. Desta forma, seja para normalização ou tempera, haverá um potencial extra de refino microestrutural comparado à utilização de um único cliço tradicional de austenitização empregado nos tratamentos térmicos clássicos de normalização e tempera [14-19].

Como existem poucos dados sobre a aplicação de tratamentos térmicos cíclicos com múltiplas austenitizações em aços para fabricação de tubos sem costura para aplicação na indústria de óleos e gás, o presente estudo se propôs a avaliar o efeito de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações sobre a microestrutura e propriedades mecânicas de dois aços de alto valor agregado que são atualmente utilizados na indústria para fabricação de tubos API-5CT graus K55 e T95. Apesar da literatura também apontar o bom potencial dos tratamentos cíclicos de tempera, destaca-se que neste estudo pioneiro, focou-se nas múltiplas normalizações por serem, em escala industrial, de mais simples execução e de menor custo. Por meio da utilização de simulações termodinâmicas computacionais e ensaios de dilatométrica, ciclos de múltiplas normalizações foram definidos e aplicados sobre corpos de prova dos dois aços. Para a caracterização destes aços termicamente tratados, foram realizadas análises microestruturais, assim como executados ensaios mecânicos de tração, dureza e impacto Charpy.

2 Materiais e métodos

2.1 Materiais

As amostras de aço utilizadas neste estudo foram retiradas de dois tubos sem costura: o primeiro sendo classificado como grau K55 (aço A) e o segundo como grau T95 (Aço B) segundo a norma API-5CT [6]. As amostras foram coletadas de tubos que tinham 339,6 mm de diâmetro e 15,9 mm de espessura de parede para o grau K55 e 355,6 mm de diâmetro e 20,6 mm de espessura de parede para o grau T95, ambos resfriados ao ar após laminação a quente. A Tabela 1 apresenta a composição química dos aços estudados. Se comparados os dois aços (A e B), o aço A possui menor teor de C, maior teor de Mn e menores adições de elementos bons formadores de carbonetos (Cr + Mo + Nb + Ti + V) do que o B.

2.2 Métodos

2.2.1 Simulação termodinâmica computacional

Com o objetivo de determinar as temperaturas críticas de austenitização dos aços estudados no equilíbrio (A_{e1} e A_{e3}), assim como se determinar os campos de estabilidade das fases em função da temperatura, simulações termodinâmicas computacionais foram realizadas utilizando-se o software MatCalc®. As composições químicas dos aços foram utilizadas como dados de entrada nas simulações e a base de dados aplicada foi a `mc_fe_v2.060_tdb`.

Tabela 1. Composição química dos aços estudados (% em peso)

Amostra	Grau API 5CT	C	Mn	Si	Ni	P	S	Cr + Mo + Nb + Ti + V
A	K55	0,25	1,00	0,20	0,05	0,010	0,002	0,3870
B	T95	0,30	0,40	0,40	0,04	0,010	0,001	1,2320

2.2.2 Determinação das temperaturas críticas A_{c1} e A_{c3}

Para a determinação das temperaturas críticas de austenitização fora do equilíbrio (A_{c1} e A_{c3}), ensaios de aquecimento contínuo foram realizados em um dilatômetro do modelo R.I.T.A. L78 da fabricante Linseis. Para os dois aços, corpos de prova cilíndricos (10 mm de comprimento e 3 mm de diâmetro) foram aquecidos com taxa constante de 3 °C/s até 950 °C, onde permaneceram por 1 minuto, sendo então resfriados, sob fluxo de gás hélio, a 2 °C/s até a temperatura ambiente. As temperaturas críticas de austenitização foram medidas na etapa de aquecimento das amostras por meio da utilização do método dos desvios mínimos (em triplicata) [20,21]. Baseando-se nesta caracterização, definiu-se a temperatura de austenitização T_{γ} a ser utilizada nos tratamentos térmicos de múltiplas normalizações.

2.2.3 Tratamentos térmicos de normalização

Amostras representativas dos dois aços foram retiradas na direção longitudinal dos tubos e submetidas a sucessivos ciclos de tratamentos térmicos de normalização conforme destacado na Tabela 2. As amostras foram austenitizadas em forno de aquecimento industrial modelo HAVE PERT 30 com atmosfera inerte constituída por gás N_2 . A partir dos resultados das etapas de determinação das temperaturas críticas de austenitização no equilíbrio e fora do equilíbrio, definiu-se, para os dois aços, que todos os ciclos de normalização seriam realizados na temperatura $T_{\gamma}=925^{\circ}C$ e as amostras seriam resfriadas ao ar calmo até a temperatura ambiente. Para cada ciclo proposto, para os dois aços estudados, três corpos de prova para ensaios de dureza, tração e impacto foram tratados. Todos os ensaios mecânicos foram realizados em triplicata.

2.2.4 Caracterização microestrutural

Para os dois aços estudados, as amostras termicamente tratadas foram submetidas aos procedimentos padrão de preparação metalográfica recomendados pela norma ASTM E3 [22]. Após a preparação, as amostras foram atacadas com Nital 2% e as microestruturas foram avaliadas por meio da utilização de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da fabricante FEI, modelo INSPECT S50. Com o objetivo de se avaliar o efeito dos tratamentos térmicos de múltiplas normalizações sobre o tamanho de grão austenítico prévio dos aços estudados, as mesmas amostras também foram submetidas a ataques químicos com reativo Teepol (200 mL de água purificada, 2,4 g de ácido pícrico, 2 mL

ácido clorídrico e 20 mL de detergente neutro). O método dos interceptos lineares, descrito pela norma ASTM E112 [23], foi aplicado pelo número de campos suficientes para que se alcançasse uma precisão relativa percentual inferior a 10% [23]. Para garantir a representatividade dos resultados dentro deste critério, foi necessário medir 30 e 25 linhas paras as amostras A e B respectivamente.

Considerando que o aço B, devido à sua composição química, é fortemente susceptível à precipitação de carbonetos, assim como a literatura técnica aponta que tratamentos térmicos de múltiplas normalizações ou múltiplas têmperas podem modificar significativamente a distribuição dos mesmos (fração e tamanho) [24,25], neste trabalho, um detector STEM (*Scanning Transmission Electron Microscopy*) acoplado a um MEV-FEG JEOL modelo JSM 7100 LV foi utilizado para se avaliar o efeito de múltiplas normalizações sobre a distribuição de precipitados no aço B. Para a determinação dos tamanhos e das frações dos precipitados, foi empregada a técnica de MEV no modo transmissão (STEM) com medidas simultâneas de composição química por EDS [24]. Amostras representativas do aço B submetidas a uma (1N) e a três (3N) normalizações foram preparadas por meio da metodologia de extração de precipitados por réplica de carbono [24]. Para este fim, após preparação metalográfica convencional (ASTM E3) [22], as amostras foram submetidas a um primeiro ataque com reativo Nital 2%. Em seguida, foi realizada uma fina deposição de carbono por *magnetron sputtering* (espessura da ordem de 10 nm) sobre a superfície atacada e um segundo ataque eletrolítico com Nital 10% (10 V) foi executado para remoção da camada de carbono. O filme de carbono foi então posicionado sobre uma malha de cobre para análise. Para esta caracterização, utilizou-se uma tensão de aceleração de 30 kV. Para cada condição analisada, quantificou-se 15 campos com magnificação de 100.000 X.

2.2.5 Caracterização mecânica

A caracterização mecânica das amostras dos aços A e B submetidas aos diferentes tratamentos de múltiplas normalizações foi feita por meio da execução de ensaios de dureza, tração e impacto Charpy. Os ensaios de dureza HV10 foram realizados de acordo com a norma ASTM E384 [26] em um durômetro Emco Test, modelo Dura Vision 250. As medições foram realizadas na seção longitudinal do tubo. Os valores médios foram calculados a partir das médias aritméticas de nove medições feitas nas superfícies externa e interna do tubo, assim como no centro da parede (investigação de homogeneidade). Os ensaios de tração

Tabela 2. Identificação de amostras e parâmetros de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações utilizados

Identificação	Tratamento térmico	Temperatura (°C)	Tempo de encharque (min)	Condições de resfriamento
1N	Normalização Simples	925	10	Ar calmo
2N	Dupla Normalização	925	10	Ar calmo
3N	Tripla Normalização	925	10	Ar calmo

foram realizados à temperatura ambiente, em triplicata, de acordo com a norma ASTM E8M [27] ($l_0 = 59,2\text{mm}$, $d_0 = 6,0\text{mm}$). A máquina universal de ensaios utilizada foi uma da fabricante EMIC com célula de carga de 1000kN, modelo DL-100000. Os ensaios de impacto Charpy foram realizados a -20°C , em triplicata, de acordo com as normas ASTM A370 [28] e ASTM E23 [29]. Foram produzidos corpos de prova *subsize* (55 mm x 10 mm x 3 mm), usinados na direção longitudinal do tubo (entalhe na transversal). A máquina utilizada nesta etapa foi a de modelo SI-103 da fabricante Instron, com capacidade máxima de 406,7 J.

3 Resultados e discussão

3.1 Simulação termodinâmica computacional

A Figura 1 apresenta os diagramas de fases obtidos por meio de simulação computacional para os aços estudados. Pode-se observar que, no equilíbrio, as temperaturas críticas de austenitização para os A e B são, respectivamente,

$A_{e_1} = 704^\circ\text{C}$; $A_{e_3} = 823^\circ\text{C}$ e $A_{e_1} = 728^\circ\text{C}$; $A_{e_3} = 827^\circ\text{C}$. Percebe-se que as temperaturas críticas do aço A são um pouco menores do que as de B. Segundo a literatura, isso se justifica principalmente pela maior concentração de Mn no aço A, pois este elemento é fortemente γ -gêneo e expande o campo de estabilidade da austenita [11,21,30]. Observa-se ainda que o aço A é pouco susceptível a formação de outros carbonetos que não a cementita (Fe_3C) e isso se deve à sua relativa baixa concentração de elementos bons formadores de carbonetos como Cr, Mo, V, Ti e Nb [11,12,24,25]. Já para o aço B, observa-se a possibilidade de significativa precipitação de carbonetos do tipo M_7C_3 a partir de 810°C . Segundo a literatura, para aços com composição química semelhante à do aço B, estes precipitados M_7C_3 podem estar associados tanto a carbonetos de Cr quanto a carbonetos de Mo [24,25].

3.2 Temperaturas críticas A_{c_1} e A_{c_3}

A Figura 2 exemplifica curvas de dilatometria utilizadas para se medir as temperaturas críticas de austenitização fora do

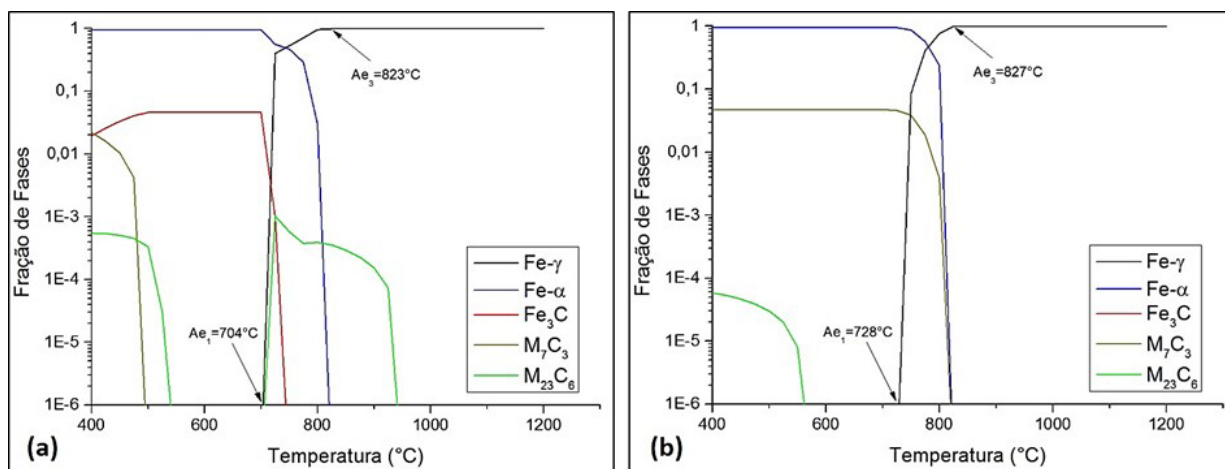


Figura 1. Diagramas de fases calculados por simulação termodinâmica computacional para os aços (a) A e (b) B.

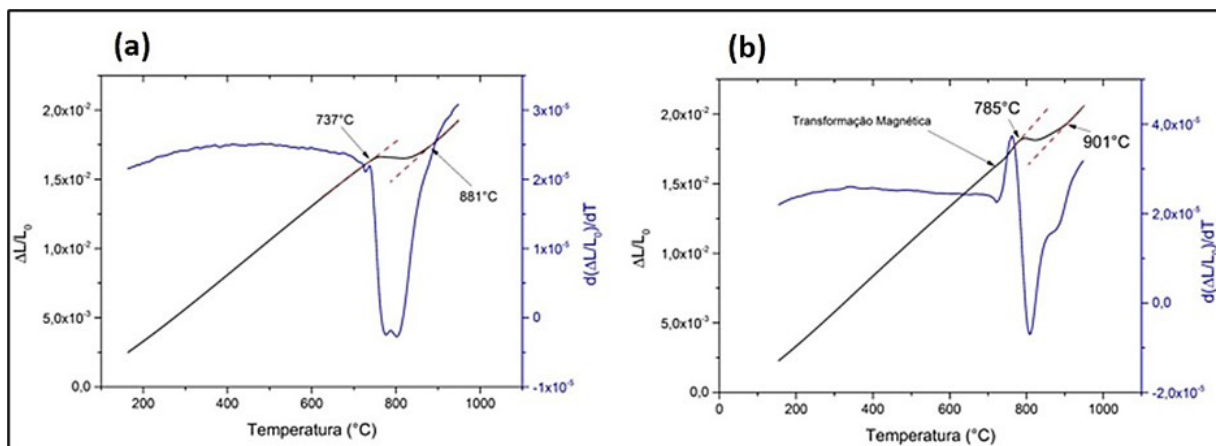


Figura 2. Exemplo da aplicação do método dos desvios mínimos aos dados dilatométricos para a determinação experimental das temperaturas críticas A_{c_1} e A_{c_3} dos aços (a) A e (b) B.

equilíbrio para os aços estudados. Os valores médios obtidos para o aço A foram: $Ac_1=(739\pm 5)^\circ\text{C}$ e $Ac_3=(882\pm 2)^\circ\text{C}$; para o aço B foram: $Ac_1=(783\pm 4)^\circ\text{C}$ e $Ac_3=(899\pm 3)^\circ\text{C}$. Percebe-se que, para os dois aços, as temperaturas críticas medidas fora do equilíbrio foram maiores do que aquelas calculadas para condições de equilíbrio. Esta observação está em acordo com a literatura que afirma que fora do equilíbrio há um superaquecimento da ferrita, deslocando as temperaturas de início e final de austenitização para cima [21,30].

Ao se observar os dados apresentados e considerar que a proposta dos tratamentos térmicos de múltipla normalização é para execução em fornos industriais, considerou-se dois importantes aspectos para a definição da temperatura t_γ para os aços estudados: i) é necessário se adotar um fator de segurança para que se garanta que os materiais vão ser completamente austenitizados; ii) em fornos industriais, o ajuste da temperatura de austenitização (encharque) não pode ser feito a qualquer momento, portanto, é interessante que ela seja a mesma para diferentes tipos de aços. Neste contexto e baseando-se na observação da literatura de que caso a temperatura de austenitização seja ligeiramente acima

de Ac_3 , a cada ciclo de austenitização, o tamanho de grão austenítico poderá diminuir [14-19], definiu-se para os aços estudados $T_\gamma=925^\circ\text{C}$.

3.3 Efeito de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações sobre a microestrutura

A Figura 3 apresenta microestruturas de amostras do aço A em seu estado de entrega (como laminado e resfriado ao ar) e submetidas a diferentes ciclos de normalização. Pode-se observar que em todas as condições, as microestruturas são constituídas por ferrita e perlita. Como o aço A é considerado de média temperabilidade, este resultado era esperado para ciclos de austenitização seguidos de resfriamento ao ar calmo (normalização) [31]. No entanto, as microestruturas não são idênticas. Pode-se observar que o aço A em seu estado de entrega (Figura 3a) possui uma microestrutura grosseira em relação às demais condições, assim como a sua fração de perlita também é maior. Percebe-se que com a aplicação dos sucessivos ciclos de normalização, houve um refino microestrutural, assim como a fração de perlita diminuiu.

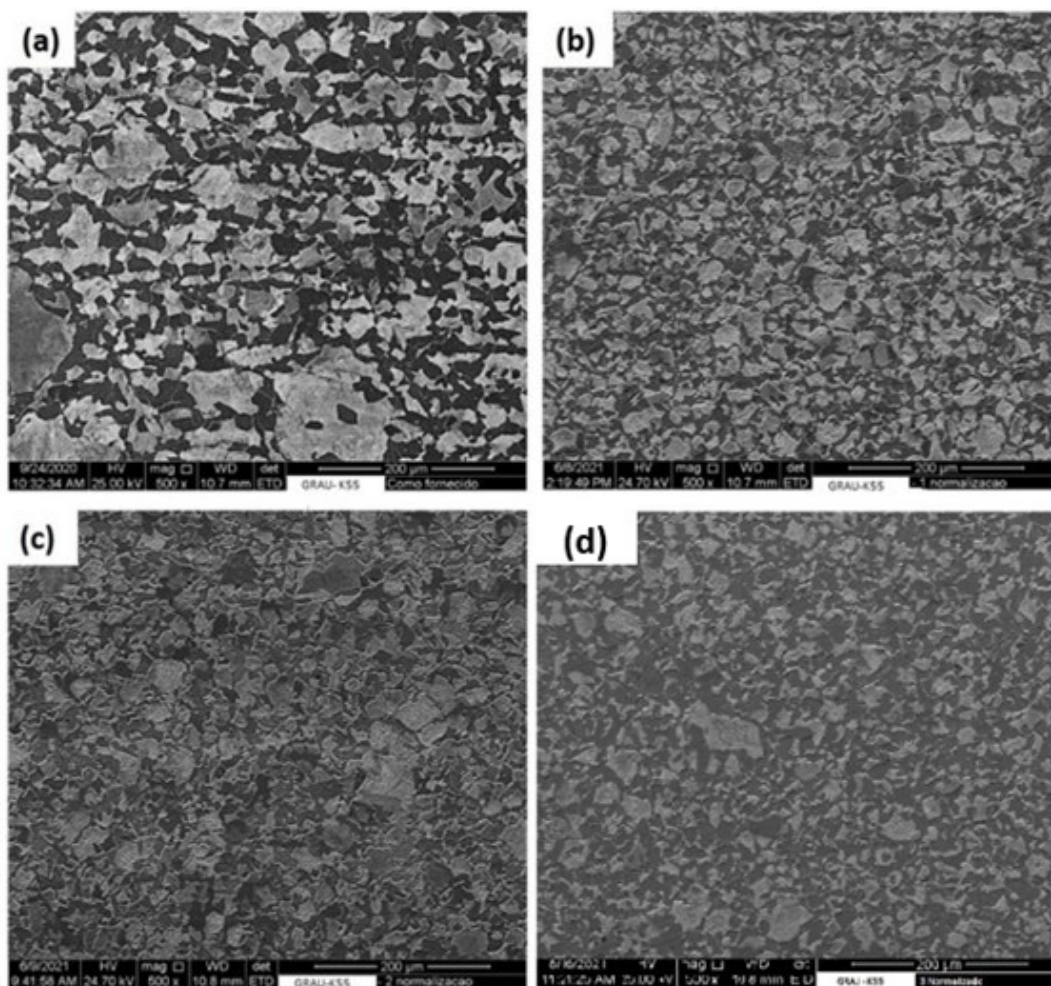


Figura 3. Microestruturas do aço A (a) no estado de entrega, submetido a (b) uma normalização (1N), (c) duas normalizações (2N) e (d) três normalizações (3N) – MEV – 500X – Nital 2%.

No entanto, neste aspecto, destaca-se que os efeitos mais pronunciados se deram até a segunda normalização, não tendo sido verificada grande diferença entre as condições 2N e 3N. Resultados semelhantes foram obtidos por outros autores para um aço semelhante [14]. Supõe-se que a cada ciclo de normalização ocorra uma diminuição do tamanho de grão austenítico e, portanto, o número de sítios preferenciais para nucleação de constituintes difusionais aumente, aumentando também a taxa de nucleação.

Neste contexto, poder-se-ia justificar tanto o refino microestrutural quanto a diminuição da fração de perlita, pois segundo a literatura, para uma mesma composição química, com a diminuição do tamanho de grão austenítico há um deslocamento das linhas do diagrama de transformação de fases sob resfriamento contínuo (TRC) para a esquerda, favorecendo a formação de maior fração de ferrita proeutóide em detrimento da perlita para uma mesma taxa de resfriamento [21,32].

A Figura 4 apresenta microestruturas de amostras do aço B em seu estado de entrega e submetidas aos diferentes ciclos de normalização. Pode-se observar que em todas as condições a microestrutura é predominantemente bainítica com ocorrência de ilhas de constituinte MA, o que era esperado para este aço em função da sua elevada temperabilidade

(Cr + Mo = 2,2% em peso) [11,33]. A Figura 4a, referente ao material no estado de entrega, se destaca como uma microestrutura mais grosseira, com menor ocorrência de constituinte MA, com intensa precipitação de carbonetos relativamente mais grosseiros do que o observado nas demais condições normalizadas. Conforme mostrado na simulação termodinâmica computacional (Figura 1b) e também destacado por outros autores para aços com composições químicas similares [24,25,33], o aço B quando resfriado tem pouca susceptibilidade à precipitação de cementita, mas sim de carbonetos de Cr e Mo.

Buscando melhor compreender os efeitos dos tratamentos térmicos de múltiplas normalizações sobre a evolução microestrutural dos aços A e B, assim como comprovar a sua relação com o refino dos grãos austeníticos prévios, os tamanhos de grão foram medidos por meio do método dos interceptos lineares, como descrito em Materiais e Métodos, e a Figura 5 apresenta os resultados obtidos. Observa-se que, para os dois aços, houve um significativo refino de grão austenítico, principalmente ao se considerar a primeira normalização. Para o aço A submetido a um único tratamento térmico de normalização, observou-se uma diminuição de 33% em relação ao seu estado de entrega. Com a realização de dois ciclos, uma diminuição extra

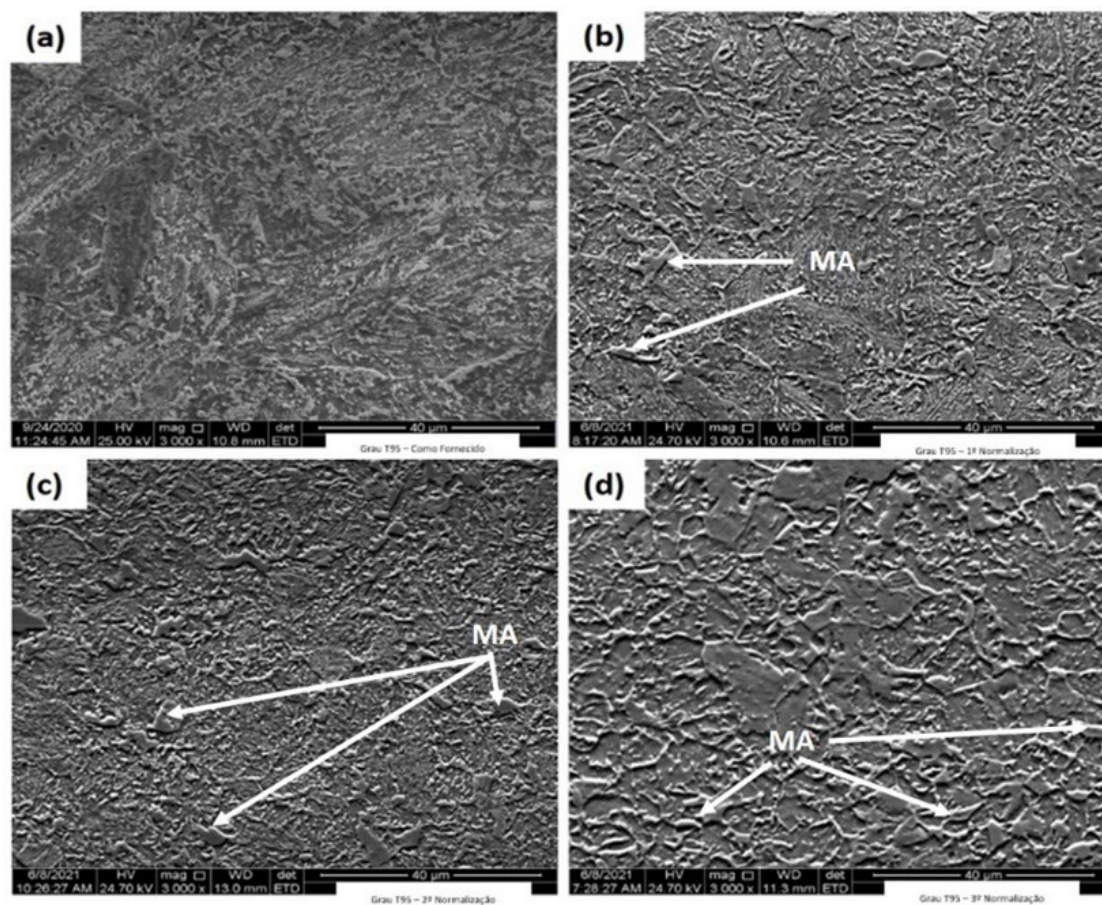


Figura 4. Microestruturas do aço B (a) no estado de entrega, submetido a (b) uma normalização (1N), (c) duas normalizações (2N) e (d) três normalizações (3N) – MEV – 3000X – Nital 2%.

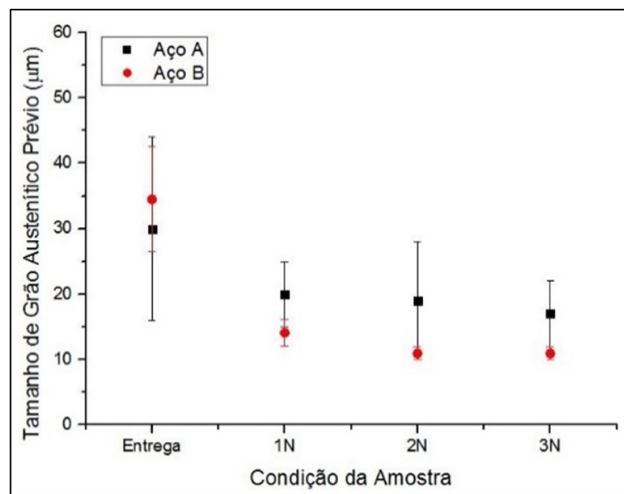


Figura 5. Efeito de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações sobre o tamanho de grão austenítico prévio dos aços A e B.

de 5% foi alcançada em relação à aplicação de um único ciclo. Aplicando-se a terceira normalização, o tamanho de grão austenítico prévio diminuiu mais 11% em relação ao segundo ciclo. Assim sendo, pode-se afirmar que, para o aço A, com a aplicação de três ciclos de normalização, um refino adicional de 15% no tamanho de grão austenítico foi alcançado em relação à execução tradicional de um único ciclo. Para o aço B, percebeu-se que um único tratamento de normalização propiciou uma diminuição de 60% no tamanho de grão austenítico em relação ao estado de entrega. Com a execução do segundo ciclo, uma diminuição extra de 21% foi alcançada. Especificamente para o aço B, a aplicação da terceira normalização não implicou em significativo refino de grão austenítico em relação ao resultado obtido com a aplicação de dois ciclos. Mediante os resultados descritos, pode-se afirmar que as hipóteses levantadas por diversos autores, em relação aos mecanismos de refino microestrutural, se mostraram promissoras para os dois aços estudados, principalmente para o aço B que possui maior adição de elementos bons formadores de carbonetos [14-19,24]. Deve-se destacar que, como argumentado na introdução deste trabalho, ao se pensar em um processo de fabricação que não seja laminação termomecânica, diminuições adicionais de 15% e 21% nos tamanhos de grãos austeníticos dos aços A e B em decorrência de ciclos triplos de normalização são significativas.

Segundo a literatura [14-19,24], a cada ciclo de austenitização, novos grãos de austenita nucleiam-se heterogeneamente a partir de interfaces previamente existentes na microestrutura e crescem até que a estrutura seja completamente transformada. Como a temperatura de austenitização utilizada foi ligeiramente acima da A_{c3} dos aços avaliados, após o final da austenitização não haverá pronunciado crescimento de grão austenítico. Portanto, durante o resfriamento (normalização), a nucleação de constituintes difusionais como ferrita primária, perlita e bainita também

ocorrerá de forma heterogênea, dando origem a uma estrutura mais refinada do que a original [14-19,24].

Alguns autores também descrevem que em aços com significativa adição de elementos de liga bons formadores de carbonetos, como o aço B, este efeito pode ser potencializado, pois as interfaces carboneto-ferrita também atuam como sítios de nucleação de austenita, aumentando, portanto, a taxa de nucleação e o potencial de refino da estrutura austenítica formada [19,21,33,34].

Há ainda registros na literatura [24,33] de que em aços com elevada temperabilidade, como o aço B aqui estudado, a aplicação de múltiplos ciclos de austenitização pode levar a um aumento da fração de constituinte MA. Isto se daria, pois a cada ciclo de austenitização haveria uma contínua dissolução de carbonetos e, portanto, a concentração de elementos como C, Cr e Mo em solução sólida na austenita aumentaria, levando a um incremento da temperabilidade do material [24,33]. Segundo a literatura [19,24], em aços com elevada adição de Cr e Mo, pode haver formação de carbonetos relativamente grosseiros provenientes do processo de fabricação. Durante uma austenitização em temperaturas próximas de A_{c3} , em decorrência da lenta cinética de dissolução, estes carbonetos grosseiros não são completamente dissolvidos. Assim sendo, após um ciclo de normalização, espera-se observar na microestrutura uma fração de carbonetos não dissolvidos ou parcialmente dissolvidos, uma fração de carbonetos reprecipitados que serão menores e mais dispersos e ainda, em função das restrições à difusão associadas à taxa de resfriamento e ao aumento de temperabilidade, haverá aumento da concentração de C, Cr e Mo em solução sólida [24,33]. Espera-se, portanto, que com a aplicação de sucessivos ciclos de normalização a fração e o tamanho de carbonetos mais grosseiros (não dissolvidos ou parcialmente dissolvidos) diminua, assim como a fração de finos carbonetos reprecipitados e a sua dispersão aumente. Espera-se ainda obter uma matriz metálica com maior concentração de soluto.

Buscando avaliar se os mecanismos de dissolução e reprecipitação de carbonetos de Cr e Mo descritos no parágrafo anterior aconteceram para o aço B, análises STEM-EDS foram executadas. As Figura 6a e 6b apresentam imagens STEM de campo claro de áreas representativas de amostras do aço B submetidas a um (1N) e a três (3N) tratamentos térmicos de normalização respectivamente. A Figura 6c apresenta um exemplo de espectro EDS comumente medido para os carbonetos identificados, assim como a Figura 6-d apresenta a distribuição de frequência de tamanho de carbonetos para as condições 1N e 3N. Pode-se observar que, como descrito na literatura para aços semelhantes [24,25,33,35], quase totalidade dos precipitados pode ser associada a carbonetos de Cr e Mo. Os picos associados ao elemento Cu se devem a utilização de malha de Cu para suporte da réplica de carbono.

Percebe-se ainda que a frequência de precipitados grosseiros na amostra 1N (tamanho máximo identificado da ordem de 270 nm) é significativamente maior do que aquela verificada na amostra 3N (tamanho máximo identificado

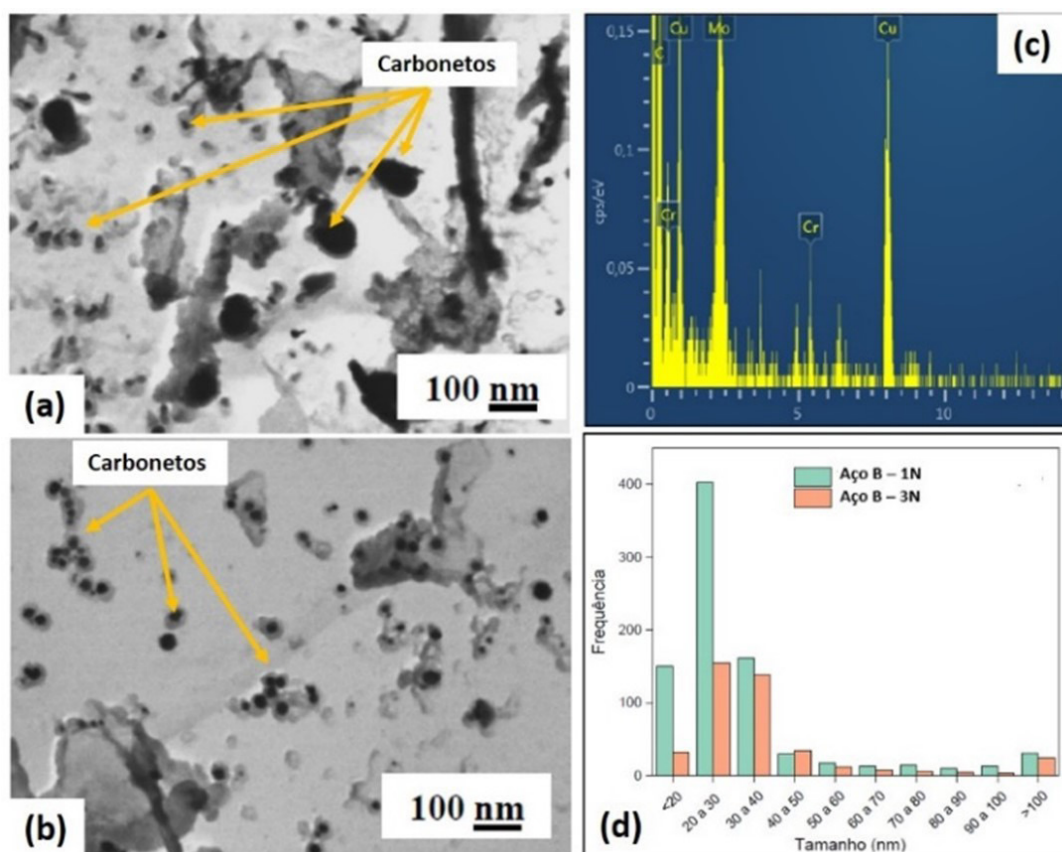


Figura 6. Micrografias representativas de STEM (100.000X) ilustrando tamanhos e distribuição de precipitados no aço B submetido a (a) uma normalização (1N) e (b) três normalizações (3N); (c) espectro EDS caracterizando a natureza química dos precipitados (Cu – associado à malha utilizada como suporte para a amostra); (d) distribuição de frequência de tamanhos dos precipitados caracterizados (limite inferior da técnica 10nm).

da ordem de 190 nm) corroborando com os mecanismos acima descritos. Destaca-se que a frequência de precipitados com tamanho acima de 20 nm diminui significativamente com a realização de tripla normalização, entretanto, não se observa um aumento da fração de precipitados menores do que 20 nm. Neste contexto, e considerando que o limite inferior de detecção da técnica utilizada é de 10 nm, supõe-se que uma fração de precipitados com tamanho menor do que este limite, tenha se formado durante os sucessivos ciclos de normalização, assim como parte do Cr e Mo tenham ficado retidos em solução sólida, como já discutido. Autores relatam que em aços com adição significativa de Cr e Mo ($Cr + Mo > 1,5\%$ em peso), uma fração significativa de precipitados nanométricos de Mo, entre 4 nm e 10 nm pode se formar durante a decomposição da austenita, não sendo possível identificá-los por STEM [35].

3.4 Efeito de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações sobre as propriedades mecânicas

A Figura 7 apresenta o efeito dos tratamentos térmicos sobre a dureza dos aços A e B. As Figuras 7a e 7b apresentam as durezas por região do tubo (paredes externas e internas, assim como região central), enquanto a Figura 7c

apresenta as médias globais de dureza. Inicialmente, pode-se observar que as durezas ao longo da espessura das paredes dos tubos não variam de forma significativa, indicando que os tratamentos térmicos de múltiplas normalizações geram efeitos homogeneamente distribuídos para os dois aços estudados.

No aço A observou-se que, em relação ao estado de entrega, um único tratamento térmico de normalização promoveu uma diminuição da dureza (13%). Após aplicação de dupla e tripla normalização voltou-se a verificar uma tendência de aumento desta propriedade em, respectivamente, 2% e 10% em relação à aplicação de apenas um ciclo.

Isto pode ser atribuído a um balanço delicado de mecanismos de endurecimento. Como já apresentado, após um ciclo de normalização, há um significativo refino microestrutural, porém a fração de perlita diminui significativamente. Além disso, a literatura mostra que quanto maior o tamanho de grão austenítico prévio, mais refinada é a perlita formada [21,30]. Portanto, a perlita do estado de entrega além de estar presente em maior quantidade possivelmente é mais refinada em relação à perlita formada nas demais condições, justificando a maior dureza. À medida em que se aplica os demais ciclos de normalização, o refino microestrutural global seria mais significativo do que as alterações de fração

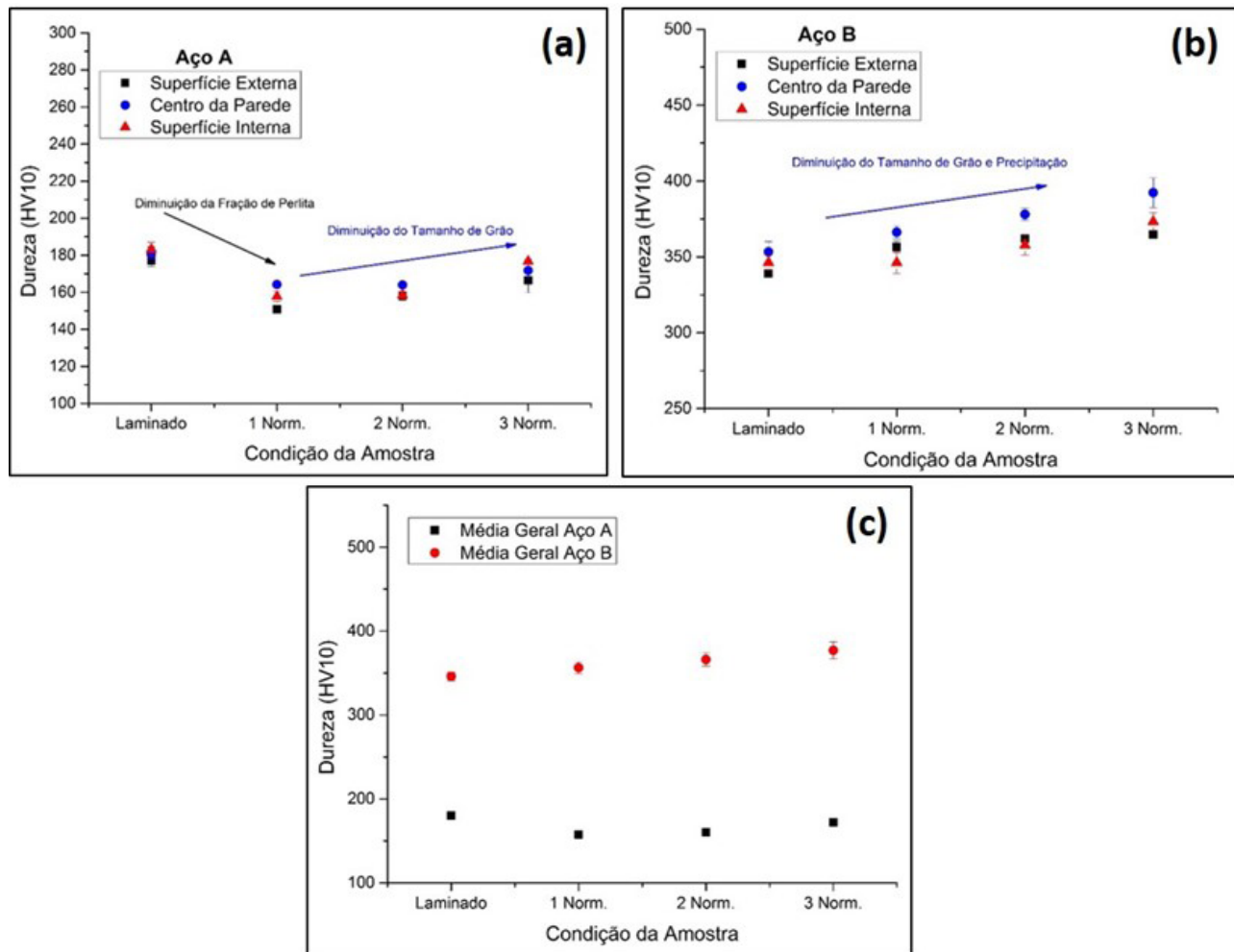


Figura 7. Efeito de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações sobre a dureza (a) do aço A e (b) do aço B em função da posição na parede do tubo; (c) comparativo geral de durezas (HV10).

e morfologia da perlita, fazendo com que a dureza aumente. Em relação ao aço B, verificou-se um aumento contínuo de dureza. Isto estaria associado ao refino da microestrutura bainítica, redistribuição de precipitados mais finos (maior contribuição de endurecimento por precipitação), maior concentração de C, Cr e Mo em solução sólida (maior contribuição de endurecimento por solução sólida) e à maior fração de constituinte MA. Resultado este em acordo com o apresentado por outros autores para aços com adição de Cr e Mo [24,25,33,35].

A Figura 8 apresenta o efeito de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações sobre as propriedades mecânicas medidas em tração para os aços A e B. Para o aço A, observa-se que em termos de limites de escoamento e de resistência houve uma diminuição de aproximadamente 80 MPa (18%) e 42 MPa (7%), respectivamente, em relação ao estado de entrega, não havendo diferenças significativas entre as múltiplas normalizações. Este resultado está em acordo com a descrição da evolução microestrutural, reforçando que, para este aço, os resultados de resistência mecânica foram mais influenciados pela diminuição da fração de perlita do

que propriamente pelo refino microestrutural [14,21,30]. No que tange o alongamento total, verificou-se um aumento contínuo, sendo o aumento mais significativo associado à primeira normalização. É importante destacar que apenas no estado de entrega, o limite de escoamento mínimo de 379 MPa exigido por norma [6] foi alcançado o que tornaria inviável a utilização de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações no aço A.

Para o aço B, o limite de escoamento cresceu aproximadamente 100 MPa (14%) com a aplicação das múltiplas normalizações, assim como o limite de resistência subiu, em média, 150 MPa (13%). Isso, com aumento concomitante do alongamento total (15%). Como já descrito, o refino microestrutural e a diminuição de densidade de carbonetos grosseiros foram fatores decisivos para que se alcançasse aumento tanto dos indicadores de resistência mecânica quanto do de ductilidade [14-19,24,33]. O aumento da ocorrência de constituinte MA também pode ter contribuído para o aumento da resistência mecânica deste aço. Deve-se destacar que com a aplicação de tripla normalização no aço B, alcançou-se limites de escoamento e de resistência de,

respectivamente, 860 MPa e 1270 MPa, portanto, muito superiores aos valores mínimos de 655 MPa e 724 MPa exigidos por norma [6].

É importante ressaltar que, para o aço B, caso fossem aplicados apenas dois ciclos de normalização, limites de escoamento e de resistência de, respectivamente, 856 MPa e 1244 MPa já seriam alcançados sem perda significativa de ductilidade em relação ao cenário de três ciclos. Portanto, ao se julgar pelos resultados dos ensaios de tração, poder-se-ia afirmar que apenas dois ciclos já seriam suficientes para se alcançar o objetivo proposto. Apesar da literatura sobre este tema ainda ser muito restrita, alguns autores também já destacaram que, para alguns aços, o número de ciclos de austenitização efetivos (para posterior normalização

ou têmpera), no propósito de refinar a microestrutura e incrementar a relação entre resistência mecânica e ductilidade, é limitado [14-19]. Alguns autores, estudando também aços para aplicação na indústria de óleo e gás, afirmaram que a execução de dois ciclos de austenitização traz benefícios muito similares à aplicação de três e que, portanto, ao se considerar questões de custo de processo, poder-se-ia afirmar que o número ótimo de ciclos de austenitização seria dois [14].

A Figura 9 apresenta as fractografias dos corpos de prova de tração dos dois aços em todas as condições avaliadas. Em todas elas, percebe-se a presença de *dimples*, indicando que o mecanismo de fratura se deu por nucleação, crescimento e coalescimento de microcavidades, caracterizando a fratura como dúctil [3,10]. No entanto, destaca-se que no estado

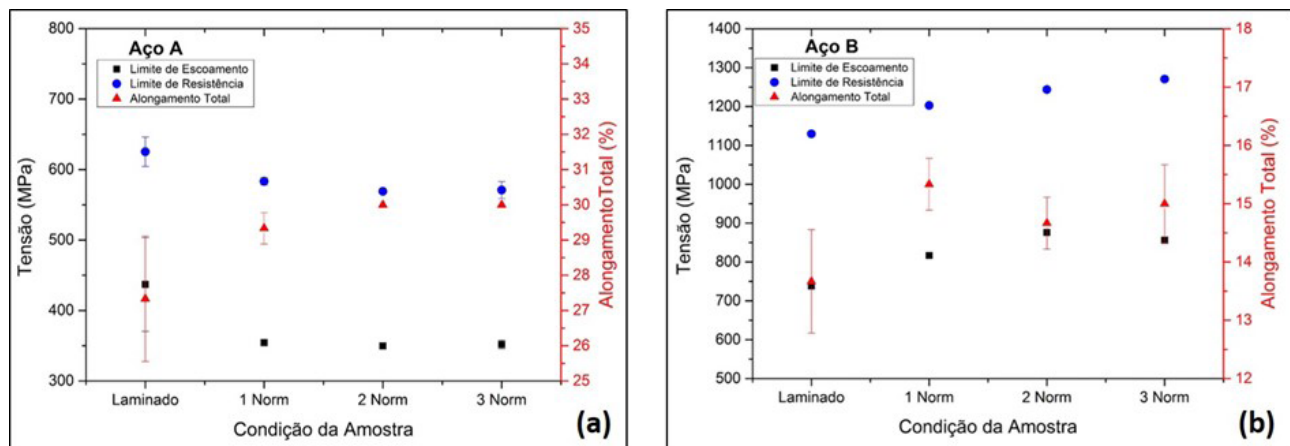


Figura 8. Efeito de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações sobre as propriedades mecânicas medidas em tração para os aços (a) A e (b) B.

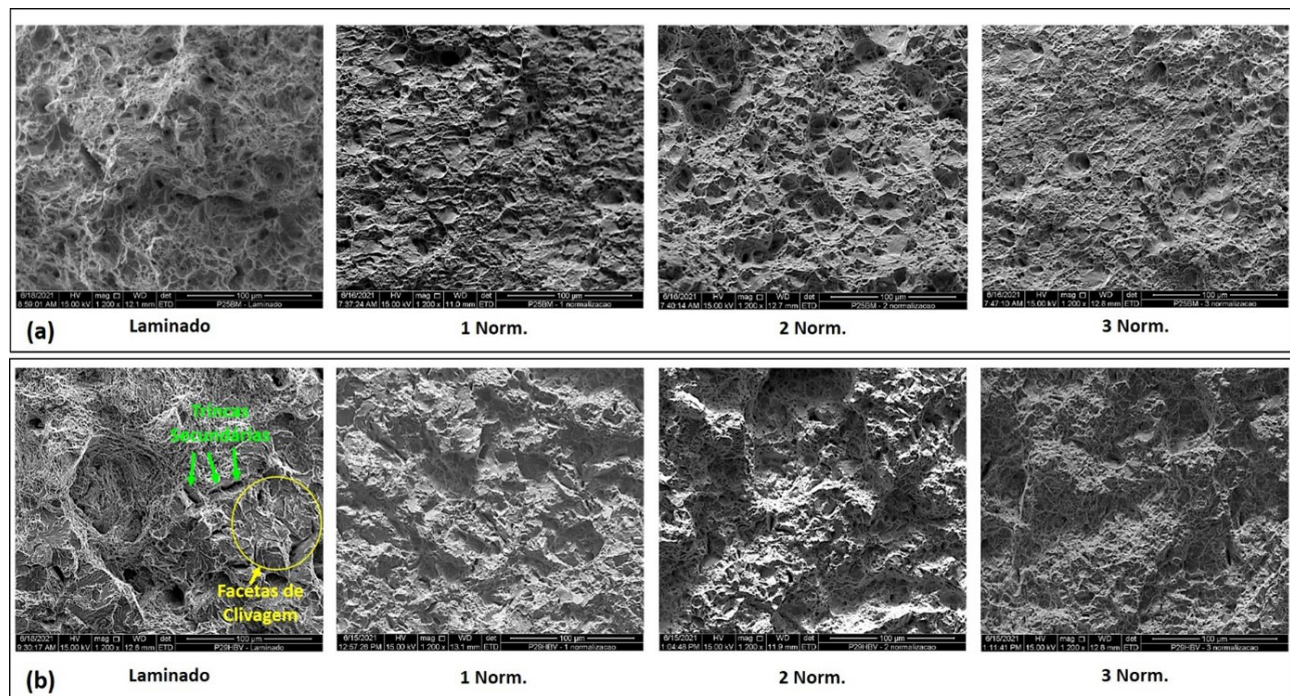


Figura 9. Fractografias dos corpos de prova de tração dos aços (a) A e (b) B – MEV – 1200X.

de entrega do aço B foram observadas pequenas regiões de facetas de clivagem e trincas secundárias, indicando que trincas se propagaram de forma frágil e localizada a partir de concentradores de tensão presentes na microestrutura, provavelmente, carbonetos grosseiros [3,10,33].

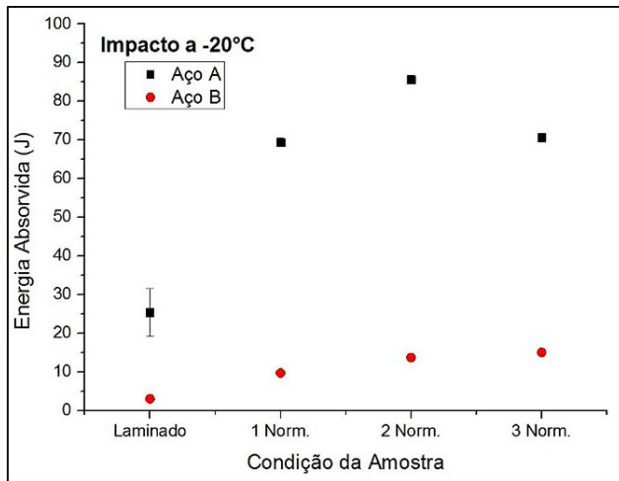


Figura 10. Efeito de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações sobre a tenacidade ao impacto Charpy (*subsize* a -20°C) dos aços A e B.

A Figura 10 apresenta os resultados de tenacidade ao impacto Charpy (*subsize*) a -20 °C. Observa-se que para o aço A houve um aumento significativo de energia absorvida quando se compara o estado de entrega (como laminado) com as condições normalizadas (incremento máximo de aproximadamente 50 J (250%)). Este resultado está coerente com a descrição da evolução microestrutural já feita e com os resultados de tração. Para o Aço B, também houve um aumento da tenacidade ao impacto com a aplicação das múltiplas normalizações. O material em seu estado de entrega absorveu, a -20 °C, apenas 3 J de energia. Após três normalizações, verificou-se um incremento de aproximadamente 12 J (400%) na tenacidade ao impacto. A Figura 11 apresenta microfratografias dos aços A e B submetidos a uma e três normalizações. Pode-se observar que tanto para o aço A quanto para o aço B em seus estados de entrega, as fraturas foram frágeis (facetas de clivagem). O aço A submetido a três normalizações apresentou mecanismo semi-dúctil, sendo possível observar a presença de facetas de clivagem e também de *dimples*. O aço B submetido a três normalizações continuou apresentando superfície de fratura majoritariamente constituída por facetas de clivagem. Entretanto, observou-se uma diminuição expressiva dos

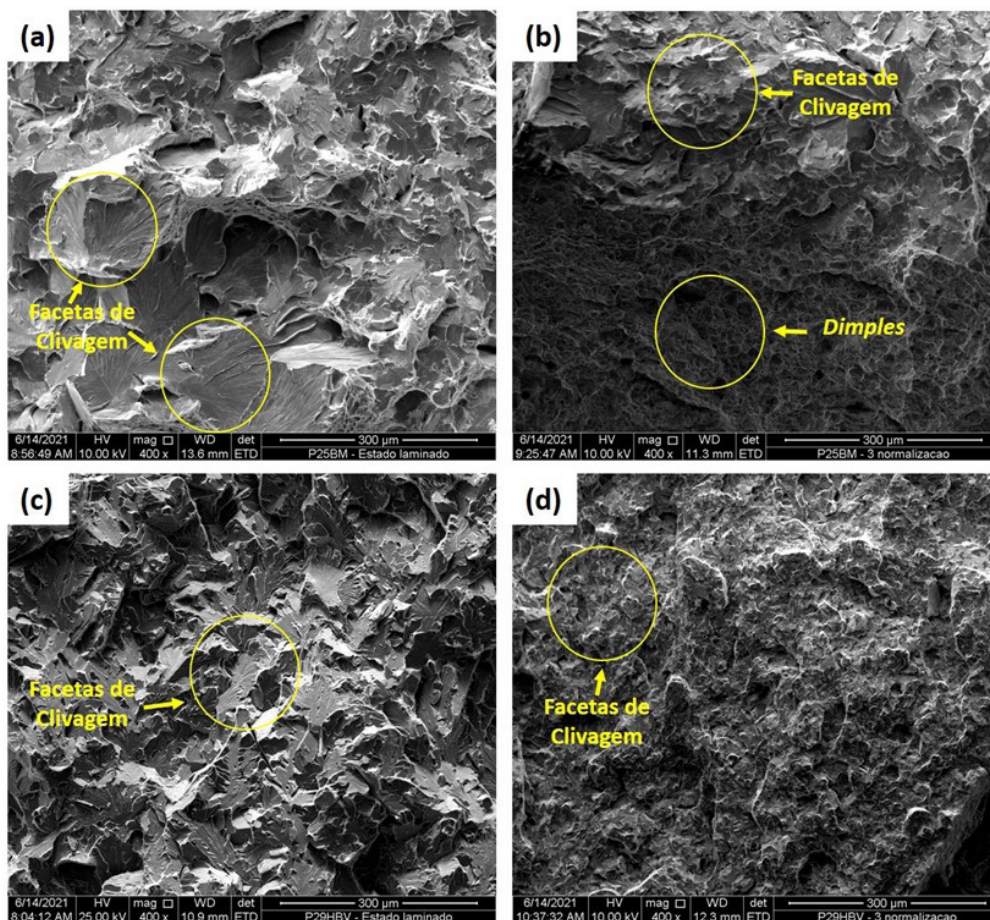


Figura 11. Microfratografias dos corpos de prova de impacto dos aços (a) A como laminado, (b) A submetido a três normalizações, (c) B como laminado e (d) B submetido a três normalizações – MEV – 400X.

tamanhos destas facetas, indicando que o refino microestrutural propiciou uma propagação mais tortuosa de trincas [3,10].

4 Conclusões

Após realizar tratamentos térmicos de múltiplas normalizações nos aços estudados, foi possível concluir que:

A aplicação de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações promoveu significativo refino microestrutural nos aços estudados. Um único ciclo de normalização aplicado ao aço A promoveu uma diminuição de 33% no tamanho de grão austenítico prévio em relação ao do estado de entrega, enquanto três sucessivos ciclos possibilitaram uma diminuição adicional de 15%. Para o aço B, um único tratamento de normalização propiciou uma diminuição de 60% no tamanho de grão austenítico em relação ao estado inicial. Uma diminuição adicional de 21% foi alcançada com a realização de tripla normalização. Para o aço B, não foi verificado significativo efeito do terceiro ciclo de normalização sobre a diminuição do grão austenítico prévio em relação à utilização de apenas dois ciclos.

No aço A, além do incremento no refino microestrutural, os tratamentos de múltiplas normalizações contribuíram para a diminuição da fração de perlita. Um balanço entre estas duas características atuou no controle das propriedades mecânicas do referido aço. No primeiro ciclo de normalização, as alterações de fração e morfologia da perlita parecem ter tido maior influência sobre as propriedades mecânicas, promovendo diminuição dos indicadores de resistência mecânica (13% na dureza, 18% no limite de escoamento e 7% no limite de resistência) e aumento do alongamento (7,5%) e da tenacidade ao impacto (250%). Ao se considerar a dupla e a tripla normalização, não houve significativa diferença entre as propriedades medidas.

Referências

- 1 Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis – ANP. Anuário Estatístico Brasileiro do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis 2021. Brasília: ANP; 2021 [acesso em 15 out 2021]. Disponível em: <https://www.gov.br/anp/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes/anuario-estatistico/anuario-estatistico-2021>
- 2 Moraes JM. Petróleo em águas profundas: uma história tecnológica da Petrobras na exploração e produção *offshore*. Brasília: IPEA; 2013 [acesso em 20 out 2021]. Disponível em: https://www.ipea.gov.br/portal/index.php?option=com_content&view=article&id=18251
- 3 Godefroid LB, Sena BM, Trindade VB. Evaluation of microstructure and mechanical properties of seamless steel pipes API 5L type obtained by different processes of heat treatments. *Materials Research*. 2017;20(2):514-522.
- 4 Gray JM, Siciliano F. High strength microalloyed linepipe: half a century of evolution. Houston: Microalloyed Steel Institute; 2009. p. 20-45.
- 5 American Petroleum Institute – API. API-5L: Specification for Line Pipe. 46th ed. Washington: API; 2018.
- 6 American Petroleum Institute API. API-5CT: Specification for casing and tubing. 10th ed. Washington: API; 2018.
- 7 Souza WM, Itman A Fo, Silva RV, Martins JBR, Lima LXC. The effects of auto-tempering martensite on mechanical strength of a microalloyed steel containing boron and titanium. *Tecnologica em Metalurgia, Materiais e Mineração*. 2020;17(4):e2198.

Neste contexto, conclui-se que, nas condições estudadas, a aplicação de tratamentos térmicos de múltiplas normalizações no aço A (grau K55) não seria viável.

No aço B, além do refino microestrutural, os tratamentos térmicos de múltiplas normalizações alteraram as distribuições de frequência e de tamanho de precipitados (carbonetos de Cr e Mo), assim como provavelmente alteraram as concentrações de C, Cr e Mo em solução sólida. A combinação dos mecanismos de endurecimento por solução sólida, por precipitação e por refino de grão fizeram com que houvesse um aumento contínuo tanto dos indicadores de resistência mecânica (9% na dureza, 14% no limite de escoamento e 13% no limite de resistência) quanto do alongamento (15%) e da tenacidade ao impacto (400%) com a aplicação dos sucessivos tratamentos térmicos de normalização. Para o aço B (grau T95), com a aplicação dos tratamentos propostos, alcançou-se um produto majoritariamente bainítico que supera os requisitos de propriedades mecânicas exigidos por norma. Neste contexto, pode-se afirmar que os tratamentos térmicos de múltiplas normalizações possuem bom potencial de aplicação neste material.

Ao se considerar os resultados obtidos para o aço B, assim como os custos de processo industrial associados a cada ciclo de normalização, pode-se concluir que a aplicação de dupla normalização seria a condição com melhor relação custo-benefício no propósito de refinar a microestrutura e incrementar a relação entre resistência mecânica e ductilidade deste aço.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pelo apoio financeiro para o desenvolvimento deste trabalho, assim como a empresa Vallourec&Sumitomo Tubos do Brasil pela doação dos materiais.

- 8 Liu M, Wang CH, Dai YC, Li X, Cao GH, Russel AM, et al. Effect of quenching and tempering process of sulfide stress cracking susceptibility in API-5CT-C110 casing steel. *Materials Science and Engineering A*. 2017;688:378-387.
- 9 Shin SY, Woo KJ, Hwang B, Kim S, Lee S. Fracture-Toughness Analysis in Transition-Temperature Region of Three American Petroleum Institute X70 and X80 Pipeline Steels. *Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science*. 2009;40(4):867-876.
- 10 Godefroid LB, Cândido LC, Toffolo RB, Barbosa LH. Microstructure and mechanical properties of two API steels for iron ore pipelines. *Materials Research*. 2014;17(Suppl 1):114-120.
- 11 Gray JM, Siciliano F. High strength microalloyed linepipe: half a century of evolution. Houston: Microalloyed Steel Institute; 2009. p. 20-45.
- 12 Larzabal G, Isasti N, Rodriguez-Ibabe JM, Uranga P. Evaluating strengthening and impact toughness mechanisms for ferritic and bainitic microstructures in Nb, Nb-Mo and Ti-Mo microalloyed steels. *Metals*. 2017;7(2):65.
- 13 Hu J, Liu Y, Wang G, Li Q. Effects of microstructure on the low-temperature toughness of an X80 x D1422mm heavy-wall heat-induced seamless bend. *Metals*. 2021;11:1055.
- 14 Muniz TF, Trindade VB, de Faria GL. Heat Treatments of a microalloyed Low Carbon Steel (Oil and Gas Industry). In: Associação Brasileira de Engenharia e Ciências Mecânicas. Proceedings of the 23rd ABCM International Congress of Mechanical Engineering; 2015 December 6-11; Rio de Janeiro, RJ, Brazil. Rio de Janeiro: ABCM.
- 15 Kaijalainen AJ, Suikkanen PP, Linnell TJ, Karjalainen LP, Komi JJ, Porter DA. Effect of austenite grain structure on the strength and toughness of direct-quenched martensite. *Journal of Alloys and Compounds*. 2013;577:S642-S648.
- 16 Xiong X, Yang F, Zou X, Suo J. Effect of twice quenching and tempering on the mechanical properties and microstructures of SCRAM steel for fusion application. *Journal of Nuclear Materials*. 2012;430:114-118.
- 17 Khani Sanij MH, Ghasemi Banadkouki SS, Mashreghi AR, Moshrefifar M. The effect of single and double quenching and tempering heat treatments on the microstructure and mechanical properties of AISI 4140 steel. *Materials & Design*. 2012;42:339-346.
- 18 Liu J, Yu H, Zhou T, Song C, Zhang K. Effect of double quenching and tempering heat treatment on the microstructure and mechanical properties of a novel 5Cr steel processed by electro-slag casting. *Materials Science and Engineering A*. 2014;619:212-220.
- 19 Chang E, Chang CY, Liu CD. The effects of double austenitization on the mechanical properties of a 0.34C containing low-alloy Ni-Cr-Mo-V steel. *Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science*. 1994;25:545-555.
- 20 Andrés CG, Caballero FG, Capdevila C, Álvares LF. Application of dilatometric analysis to the study of solid-solid phase transformations in steels. *Materials Characterization*. 2002;48:101-111.
- 21 Rodrigues K, Faria GL. Characterization and prediction of continuous cooling transformations in rail steels. *Materials Research*. 2021;24(5):e20200519.
- 22 ASTM International. ASTM E3. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2017.
- 23 ASTM International. ASTM E112. Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2013.
- 24 Ali M, Porter D, Kömi J, Eissa M, El faramawy H. The effect of double austenitization and quenching on the microstructure and mechanical properties of CrNiMoWMnV ultrahigh-strength steels after low-temperature tempering. *Materials Science and Engineering A*. 2019;763:138169.
- 25 Zheng Y, Wang F, Li C, Lin Y, Cao R. Effect of martensite structure and carbide precipitates in mechanical properties of Cr-Mo alloy steel with different cooling rate. *High-Temperature Materials and Processes*. 2019;38:113-124.
- 26 ASTM International. ASTM E384. Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2017.
- 27 ASTM International. ASTM E8. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2021.
- 28 ASTM International. ASTM A370. Standard Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2020.

- 29 ASTM International. ASTM E23. Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials. West Conshohocken, PA: ASTM International; 2018.
- 30 Rodrigues KF, Mourão GMM, Faria GL. Kinetics of isothermal phase transformations in premium and standard rail steels. *Steel Research International*. 2020;92(2):2000306.
- 31 Cirimello PG, Otegui JL, Carfi G, Morris W. Failure and integrity analysis of casings used for oil well drilling. *Engineering Failure Analysis*. 2017;75:1-14.
- 32 Aranda MM, Kim B, Rementeira R, Capdevila C, García de Andrés C. Effect of prior austenite grain size on pearlite transformation in a hypo-eutectoid Fe-C-Mn steel. *Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science*. 2014;45:1778-1786.
- 33 Sarikaya M, Steinberg BG, Thomas G. Optimization of Fe/Cr/C base structural steels for improved strength and toughness. *Metallurgical Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science*. 1982;13:2227-2237.
- 34 Papaefthymiou S, Bouzouni M, Petrov RH. Study of carbide dissolution and austenite formation during ultra-fast heating in medium carbon chromium molybdenum steel. *Metals*. 2018;8:646.
- 35 Lee J, Lee T, Mun D, Bae CM, Lee CS. Comparative study on the effects of Cr, V, and Mo carbides for hydrogen-embrittlement resistance of tempered martensitic steel. *Scientific Reports*. 2019;9:5219.

Recebido em: 22 Nov. 2021

Aceito em: 15 Jun. 2022