

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
METALÚRGICA E DE MINAS

TESE DE DOUTORADO

**“Obtenção de Ferrita de Grão Ultrafino
em Aços C- Mn e Microligado com Nb-Ti
através de Ensaio de Torção a Quente”**

AUTOR: GIOVANE AZEVEDO

ORIENTADOR: PROF. DAGOBERTO BRANDÃO SANTOS

ABRIL / 2005

GIOVANE AZEVEDO

**“Obtenção de Ferrita de Grão Ultrafino em Aços C- Mn e Microligado com Nb-Ti
através de Ensaio de Torção a Quente”**

**Tese de Doutorado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia
Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais**

Área de Concentração: Metalurgia Física

Orientador: Prof. Dagoberto Brandão Santos

**Belo Horizonte
Escola de Engenharia da UFMG
2005**

a minha esposa Sãozinha, minha querida filha Bruna e meus pais.

AGRADECIMENTOS

O autor agradece a todos aqueles que, direta ou indiretamente, colaboraram na preparação deste trabalho, e em particular:

Ao professor Dagoberto Brandão Santos, seu orientador, pela confiança depositada, apoio e sugestões;

Aos membros da banca de defesa da proposta, Profs. Paulo Roberto Cetlin, Vicente Bueno e Paulo César Matos Rodrigues pelas críticas e sugestões apresentadas, além do Prof. Ronaldo Barbosa que também acompanhou o processo de desenvolvimento com mais proximidade.

À Prof^a Elena V. Pereloma pelo excepcional trabalho de cooperação desenvolvido na análise através de microscopia eletrônica de transmissão.

Aos colegas da pós-graduação, especialmente, pelo auxílio prestado na discussão de temas relacionados ao trabalho;

Aos colegas do Colégio Técnico da UFMG, , pela colaboração.

Aos alunos de graduação em Engenharia Metalúrgica Joilson Moreira Ferreira da Silva, Tiago de Assis Moreira, Marcelo Renato Magalhães, Fernando Silva, Roney Eduardo Lino pela colaboração no trabalho experimental.

Aos servidores Técnico-Administrativos do Departamento de Engenharia Metalúrgica da UFMG, pelo suporte e pela acolhida através do nome de Patrícia Mara Trigueiro de Azevedo, Cláudia Lima Caldeira, Esteveesson, Juliano, Núbia, Viviane, Schmidt, Eustáquio R. Apolinário.

SUMÁRIO

	Página
Lista de Figuras_____	09
Lista de Tabelas_____	15
Lista de Símbolos_____	16
Resumo_____	18
Abstract_____	19
Capítulo 1 - Introdução _____	20
Capítulo 2 - Objetivos _____	22
Capítulo 3 - Revisão Bibliográfica _____	23
3.1 - Tensão de escoamento x tamanho de grão_____	24
3.2 - A transformação austenita-ferrita e recristalização _____	25
3.3 - Obtenção de aços de grãos ultrafinos _____	28
3.3.1 - Moagem de alta energia _____	30
3.3.2 - Processamento termomecânico controlado _____	31
3.3.3 - Laminação de aços com estrutura martensítica _____	34
3.3.4 - Colaminação sequencial _____	37
3.3.5 - Deformação em temperaturas baixas_____	39
3.3.6 - Laminação a morno e recozimento intercrítico _____	39
3.3.7 - Transformação induzida por deformação e recristalização dinâmica_	41
3.3.8 - Deformação multidirecional _____	42
3.3.9 - Deformação plástica intensa _____	45
3.3.9.1 - Extrusão em canais equiangulares e torção sob alta compressão_	45
3.3.10 - Simulação da laminação através de torção a morno e a quente_____	48
3.4 - Regressão linear múltipla_____	49

Capítulo 4 - Procedimento Experimental	56
4.1 - Análise Química	56
4.2 - Corte e usinagem de amostras para os tratamentos térmicos	57
4.3 - Têmpera e medição do tamanho de grão austenítico	57
4.4 - Usinagem de amostras para a torção em laboratório	57
4.5 - Testes de torção a morno e a quente em laboratório	58
4.6 - Recozimento Intercrítico	60
4.7 - Análise de imagens e medição do tamanho de grão ferrítico e quantificação de constituintes	60
4.8 - Preparação de corpos de prova para ensaios mecânicos	61
4.9 - Microdureza Vickers	61
4.10 - Avaliação das propriedades mecânicas	62
4.11 - Microscopia eletrônica de transmissão (MET)	62
4.12 - Microscopia de Força Atômica	62
Capítulo 5. Resultados e Discussão	63
5.1 - A escolha das temperaturas de têmpera	63
5.2 - A deformação no campo bifásico	65
5.3 - Temperaturas de Transformação	70
5.4 - Curvas de fluxo	71
5.4.1 - Análise das curvas tensão versus deformação	72
5.4.2 - Interrelação entre encruamento, recuperação e recristalização	72
5.4.3 - Amaciamento no intervalo entre passes	73
5.4.4 - Comportamento das curvas de fluxo- têmpera a 900°C	74
5.4.4.1 - Deformação a 700°C	74
5.4.4.2 - Deformação a 740°C	77
5.4.5 - Comportamento das curvas de fluxo- Têmpera a 1200°C	79
5.4.5.1 - Deformação a 700°C	79
5.4.5.2 - Deformação a 740°C	81

5.5 - Desenvolvimento da microestrutura durante a torção_____	82
5.6 - O efeito do tempo de recozimento intercrítico na microestrutura final_____	89
5.6.1.- Análise por MET para têmpera a partir de 900°C e deformação a 740°C	89
5.6.1.1. - Aço C-Mn _____	89
5.6.1.2. - Aço Nb-Ti _____	90
5.7 - Evolução microestrutural por MEV e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos _____	92
5.7.1 – Têmpera a partir de 900°C _____	92
5.7.1.1 - Aço C-Mn Deformação a 700°C _____	92
5.7.1.2 - Aço C-Mn Deformação a 740°C_____	95
5.7.1.3 - Aço Nb-Ti Deformação a 700°C_____	98
5.7.1.4- Aço Nb-Ti Deformação a 740°C _____	101
5.7.2 – Têmpera a partir de 1200°C_____	104
5.7.2.1 - Aço C-Mn Deformação a 700°C _____	104
5.7.2.2 - Aço C-Mn Deformação a 740°C_____	107
5.7.2.3 - Aço Nb-Ti Deformação a 700°C _____	110
5.7.2.4. - Aço Nb-Ti Deformação a 740°C_____	112
5.8 - A Formação do Constituinte MA- Microscopia Óptica- Ataque Le Pera__	115
5.9 - Microscopia de Força Atômica_____	124
5.10 - Os efeitos da adição dos microligantes _____	126
5.11 - Comparação entre as duas temperaturas de austenitização empregadas____	128
5.11.1 - Tamanho de grão prévio da austenita (têmpera a partir de 900°C)____	128
5.11.2 - Tamanho de grão prévio da austenita (têmpera a partir de 1200°C)____	129
5.11.3 - A transformação dinâmica da ferrita induzida por deformação_____	129
5.12 - Análise Térmica_____	131
5.13 - Efeitos da Taxa de resfriamento_____	136
5.14 - Propriedades Mecânicas_____	137
5.14.1 - Microdureza x Tamanho de Grão _____	137
5.14.2 - Regressões Lineares_____	154
5.14.2.1 - Microdureza em função do tempo_____	155
5.14.2.2 - Microdureza em função do tamanho de grão ferrítico médio__	156

5.14.2.3 - Microdureza em função do tamanho de grão ferrítico médio e dos percentuais dos constituintes_____	157
5.15 - Correlação com o processo de laminação industrial / aplicabilidade_____	157
5.15.1 - Parâmetros operacionais na obtenção de grãos ultrafinos em tiras__	160
CAPÍTULO 6 - CONCLUSÕES _____	162
RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS _____	168
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS _____	169
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS _____	170

LISTA DE FIGURAS

	Página
Figura 3.1 - Diagrama de equilíbrio metaestável Fe-Fe ₃ C_____	23
Figura 3.2 - Limite de escoamento x tamanho de grão_____	24
Figura 3.3 - Esquema de processamento termomecânico controlado_____	32
Figura 3.4 - Esquema de Colaminação sequencial_____	37
Figura 3.5 - Esquema de laminação a morno seguida de recozimento intercrítico____	41
Figura 3.6 - Esquema de extrusão em canais eqüiangulares (ECAP)_____	45
Figura 3.7 - Esquema de torção sob alta compressão (HPT)_____	46
Figura 4.1 - Gráfico seqüencial do procedimento experimental_____	56
Figura 4.2 - Máquina universal de ensaios-Unidade de torção_____	58
Figura 4.3 - Sistema de aquisição de dados_____	59
Figura 5.1 - Fotomicrografias ópticas de amostras temperadas_____	64
Figura 5.2 - Fotomicrografias iniciais comparativas de refinamento em amostras deformadas no campo austenítico e no bifásico_____	66
Figura 5.3 - Fotomicrografias iniciais comparativas de refinamento em amostras deformadas em taxas diferentes_____	67
Figura 5.4 - Seqüência esquemática de nucleação da ferrita_____	68
Figura 5.5 - Formação de ferrita induzida por deformação (Hong, 2003)_____	69
Figura 5.6 - Congelamento após um passe de deformação a 700°C_____	71
Figura 5.7 - Curva típica de processo de recristalização (Schindler, 2000)_____	73
Figura 5.8 - Curvas de fluxo das amostras de aço C-Mn e Nb-Ti temperadas a partir de austenitização a 900°C, deformadas a 700°C_____	75
Figura 5.9 - Curvas de fluxo das amostras de aço C-Mn e Nb-Ti temperadas a partir de austenitização a 900°C, deformadas a 740°C_____	78
Figura 5.10 - Curvas de fluxo das amostras de aço C-Mn e Nb-Ti temperadas a partir de austenitização a 1200°C, deformadas a 700°C_____	80

Figura 5.11 - Curvas de fluxo das amostras de aço C-Mn e Nb-Ti temperadas a partir de austenitização a 1200°C, deformadas a 740°C_____	81
Figura 5.12 - Fotomicrografias de MEV-3000x dos espécimes após a deformação a 700 e 740°C_____	82
Figura 5.13 - Fotomicrografia de MET do aço C-Mn temperado a partir de austenitização a 900°C e deformado a 740°C_____	85
Figura 5.14 - Espectro de EDXS da partícula de carboneto globular encontrada na amostra do aço C-Mn temperado a partir de austenitização a 900°C e deformado a 740°C_____	86
Figura 5.15 - Fotomicrografia de MET do aço Nb-Ti temperado a partir de austenitização a 900°C e deformado a 740°C_____	87
Figura 5.16 - Espectro de EDS da partícula de cúbica encontrada na amostra do aço Nb-Ti temperado a partir de austenitização a 900°C e deformado a 740°C	88
Figura 5.17 - Fotomicrografias de MET do aço C-Mn temperado a partir de austenitização a 900°C e deformado a 740°C após recozimento a 800°C por 10 minutos (a,b), 60 minutos (c,d) e 180 minutos (e,f). _____	89
Figura 5.18 - Fotomicrografias imagens de campo claro do aço NbTi temperado a partir de austenitização a 900°C e deformado a 740°C após 10 minutos (a-d) e 180 minutos (e,f) de recozimento a 800°C_____	91
Fig. 5.19 - Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 700°C após têmpera a 900°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento (1800s e 3600s)_____	92
Fig. 5.20 - Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 700°C após têmpera a 900°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento (7200s e 10800s)	93
Fig. 5.21 - Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 740°C após têmpera a 900°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento (1800s e 3600s)_____	95
Fig. 5.22 - Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 740°C após têmpera a 900°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento (7200s e 10800s)_____	96

- Fig. 5.23 - Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 700°C após têmpera a 900°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento (1800s e 3600s)_____ 98
- Fig. 5.24 - Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 700°C após têmpera a 900°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento (7200s e 10800s)_____ 99
- Fig. 5.25 - Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 740°C após têmpera a 900°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento (1800s e 3600s)_____ 101
- Fig. 5.26 - Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 700°C após têmpera a 900°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento (7200s e 10800s)_____ 102
- Fig. 5.27 - Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 700°C após têmpera a 1200°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento (1800s e 3600s)_____ 104
- Fig. 5.28 - Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 700°C após têmpera a 1200°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento (7200s e 10800s)_____ 105
- Fig. 5.29 - Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 740°C após têmpera a 1200°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento (1800s e 3600s)_____ 107
- Fig. 5.30 - Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 740°C após têmpera a 1200°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento (7200s e 10800s)_____ 108
- Fig. 5.31 - Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 740°C após têmpera a 1200°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento (1800s e 3600s)_____ 110
- Fig. 5.32 - Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 740°C após têmpera a 1200°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento (7200s e 10800s)_____ 111

- Fig. 5.33 - Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 740°C após tempera a 1200°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento (1800s e 3600s)_____ 112
- Fig. 5.34 - Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 740°C após tempera a 1200°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento (7200s e 10800s)_____ 113
- Fig. 5.35 - Fotomicrografias com ataque LePera e evolução percentual do constituinte MA em função do tempo de recozimento para amostras do aço CMn temperadas a partir de 900°C, para as duas temperaturas de deformação_____ 117
- Fig. 5.36 - Fotomicrografias com ataque LePera e evolução percentual do constituinte MA em função do tempo de recozimento para amostras do aço NbTi temperadas a partir de 900°C, para as duas temperaturas de deformação_____ 118
- Fig. 5.37 - Fotomicrografias com ataque LePera e evolução percentual do constituinte MA em função do tempo de recozimento para amostras do aço C-Mn temperadas a 1200°C, para as duas temperaturas de deformação_____ 119
- Fig. 5.38 - Fotomicrografias com ataque LePera e evolução percentual do constituinte MA em função do tempo de recozimento para amostras do aço Nb-Ti temperadas a 1200°C, para as duas temperaturas de deformação_____ 120
- Fig. 5.39 - Fotomicrografia obtida por microscopia de força atômica de amostra de aço microligado ao Nb-Ti temperada a partir de austenitização a 900°C e deformada a 740°C_____ 121
- Fig. 5.40 - Fotomicrografia obtida por microscopia de força atômica de amostra de Nb-Ti temperada a partir de austenitização a 900°C e deformada a 700°C, seguida de recozimento por 60s a 800°C_____ 122

- Fig. 5.41 - Fotomicrografia obtida por microscopia de força atômica de amostra de aço C-Mn temperada a partir de austenitização a 900°C, deformada a 740°C e recozida por 3h, com detalhamento da distribuição do constituinte MA_____ 123
- Fig. 5.42 - Fotomicrografia obtida por microscopia de força atômica de amostra de aço C-Mn temperada a partir de austenitização a 900°C, deformada a 740°C e recozida por 3h, com detalhamento dimensional e topográfico_____ 124
- Fig. 5.43 - Fotomicrografia obtida por microscopia de força atômica de amostra de aço C-Mn temperada a partir de austenitização a 900°C, deformada a 700°C e recozida por 2h, com detalhamento dimensional e de distribuição do constituinte MA_____ 125
- Fig 5.44 - Derivação das curvas de temperatura x tempo no resfriamento para o aço C-Mn temperado a partir de 900°C e deformado nas duas temperaturas___ 132
- Fig 5.45 - Derivação das curvas de temperatura x tempo no resfriamento para o aço C-Mn temperado a partir de 1200°C e deformado nas duas temperaturas_ 133
- Fig 5.46 - Derivação das curvas de temperatura x tempo no resfriamento para o aço Nb-Ti temperado a partir de 900°C e deformado nas duas temperaturas___ 134
- Fig 5.47 - Derivação das curvas de temperatura x tempo no resfriamento para o aço Nb-Ti temperado a partir de 1200°C e deformado nas duas temperaturas_ 135
- Fig.5.48 - Microdureza(HV) em função do $d^{(-1/2)}$ ao longo do tempo de recozimento- Austenitização a 900°C_____ 138
- Fig.5.49 - Microdureza(HV) em função do $d^{(-1/2)}$ ao longo do tempo de recozimento- Austenitização a 1200°_____ 139
- Fig. 5.50 - Microdureza(HV) em função do tamanho de grão ferrítico médio – $d(\mu\text{m})$ ao longo do tempo de recozimento- Austenitização a 900°C_____ 141
- Fig.5.51 - Microdureza(HV) em função do tamanho de grão ferrítico médio – $d(\mu\text{m})$ ao longo do tempo de recozimento- Austenitização a 1200°C_____ 142

- Fig. 5.52 - Comparação entre as configurações microestruturais para amostras do aço C-Mn deformados à mesma temperatura (700°C) e sujeitas às duas diferentes condições de austenitização_____ 143
- Fig. 5.53 - Comparação entre as configurações microestruturais para amostras do aço Nb-Ti deformados à mesma temperatura (700°C) e sujeitas às duas diferentes condições de austenitização_____144
- Fig. 5.54 - Comparação entre as configurações microestruturais para amostras do aço C-Mn deformados à mesma temperatura (740°C) e sujeitas às duas diferentes condições de austenitização_____ 145
- Fig 5.55 - Comparação entre as configurações microestruturais para amostras do aço Nb-Ti deformados à mesma temperatura (740°C) e sujeitas às duas diferentes condições de austenitização_____ 146
- Fig. 5.56 - Constituição microestrutural em função do tempo de recozimento-Aço C-Mn temperado a partir de 900°C a) Deformação a 700°C e b) Deformação a 740°C_____ 148
- Fig. 5.57 - Constituição microestrutural em função do tempo de recozimento-Aço Nb-Ti temperado a partir de 900°C a) Deformação a 700°C e b) Deformação a 740°C_____ 149
- Fig. 5.58 - Constituição microestrutural em função do tempo de recozimento-Aço C-Mn temperado a partir de 1200°C a) Deformação a 700°C e b) Deformação a 740°C_____ 150
- Fig. 5.59 - Constituição microestrutural em função do tempo de recozimento-Aço Nb-Ti temperado a partir de 1200°C a) Deformação a 700°C e b) Deformação a 740°C_____ 151
- Fig. 5.60 - Tensão média de trabalho por passe em função das temperaturas de deformação_____ 160
- Fig. 5.61 - Ilustração do esquema de laminação para obtenção de grãos ultrafinos_____ 161

LISTA DE TABELAS

Tabela III.1 - Análise da variância para a significância da regressão na regressão linear múltipla_____	52
Tabela IV.1 - Composições químicas dos aços a serem utilizados _____	57
Tabela IV.2 - Esquema da aplicação de passes na torção a morno_____	60
Tabela IV.3 - Relação de tempos usados para o recozimento intercrítico_____	60
Tabela V.1 - Temperaturas de solubilização de alguns dos principais precipitados_____	63
Tabela V.2 - Quantidade de Nb em solução na austenita em função da temperatura_____	127
Tabela V.3 - Microdureza(HV) em função do tempo (h) _____	155
Tabela V.4 - Microdureza(HV) em função do tamanho ferrítico médio de grão $(\mu\text{m})^{-1/2}$ _____	156
Tabela V.5 - Microdureza(HV) em função do tamanho ferrítico médio de grão $(\mu\text{m})^{-1/2}$ e dos percentuais dos constituintes_____	157
Tabela V.6 - Esquema da aplicação de passes na torção com deformação equivalente em laminação. Temperatura de torção 700°C_____	158
Tabela V.7 - Esquema da aplicação de passes na torção com deformação equivalente em laminação. Temperatura de torção 740°C_____	159

LISTA DE SÍMBOLOS

γ = austenita

ε = deformação verdadeira

α = ferrita

$\dot{\varepsilon}$ = taxa de deformação

A_1 = temperatura de transformação eutetóide ($\gamma \rightarrow \alpha + \text{Fe}_3\text{C}$)

Ac_1 = temperatura inicial de formação da austenita durante o aquecimento a uma dada taxa

Ac_3 = temperatura final de formação da austenita durante o aquecimento a uma dada taxa

Ae_1 = temperatura de início de formação da austenita durante o aquecimento em condições de equilíbrio

Ae_3 = temperatura de término de formação da austenita durante o aquecimento em condições de equilíbrio

Ar_1 = temperatura de término da transformação austenita-ferrita- Fe_3C durante o resfriamento

Ar_3 = temperatura de início da transformação austenita-ferrita durante o resfriamento

ARB = colaminação sequencial

ARBL = alta resistência e baixa liga

B = Bainita

BG = Bainita granular

DBTT = temperatura de transição dúctil-frágil

dMA - tamanho médio das ilhas de MA

dT/dt = taxa de resfriamento

EBSA = difração de elétrons retroespalhados

ECAP = compressão em canais angulares equivalentes

EGS = tamanho de grão efetivo

HPT = torção sob alta compressão

k - número de regressores

LE = limite de escoamento

LE/LR - razão de escoamento

LR = limite de resistência

M = martensita

MA = constituinte martensita/austenita

MEV = microscopia eletrônica de varredura

MET = microscopia eletrônica de transmissão

MFA= microscopia de força atômica

MSE = quadrado da soma dos resíduos

MSR = quadrado da soma da regressão

n = número de observações

P = perlita

R^2 = coeficiente de correlação múltipla

SPD = deformação plástica intensa

SSR = soma dos quadrados da regressão

SSi = soma dos quadrados dos resíduos

Syy - soma dos quadrados total

t = tempo

T = temperatura

TG= tamanho de grão ferrítico médio

TMCP = processamento termomecânico controlado

T_{nr} = temperatura de não-recristalização

UFG = grãos ultrafinos

RESUMO

Nos últimos anos um grande interesse tem se voltado para a pesquisa na obtenção de estruturas de granulação ultrafina por diferentes métodos (ECAP, ARB, HPT) visando a melhoria da relação propriedades e microestrutura nos aços.

Estudou-se neste trabalho a formação da ferrita induzida por deformação com enfoque principal à aplicação de deformação plástica através de torção em aço C-Mn e microligado ao Nb-Ti, para tentar se estabelecer uma correlação com os parâmetros de processos industriais de laminação. Após aquecimento das amostras à taxa de 1°C/s para austenitização nas temperaturas de 900 e 1200°C, com encharque durante 300s, as mesmas foram submetidas à têmpera em salmoura e gelo. Em seguida, realizou-se o aquecimento das amostras à taxa de 1°C/s, encharque durante 300s e subsequente torção nas temperaturas de 700 e 740°C, envolvendo 7 passes de deformação, até uma deformação verdadeira final de aproximadamente 1. Os mecanismos de amaciamento foram estudados a partir das curvas de fluxo. A microestrutura foi analisada por microscopia óptica, eletrônica de varredura, de transmissão e de força atômica. O tamanho de grão ferrítico após recozimento a 800°C em seis diferentes tempos foi verificado. O comportamento mecânico foi avaliado por testes de microdureza Vickers. O acúmulo de energia por deformação no campo bifásico possibilitou condições favoráveis à nucleação acentuada de ferrita, ocasionando uma estrutura de grãos ultrafinos, da ordem de 2µm, sem a necessidade de se utilizar deformações muito intensas. O formato das curvas tensão-deformação sugeriu que o refinamento da ferrita ocorreu por recristalização dinâmica durante o estágio de trabalho a quente. Os valores de microdureza Vickers ao final do processo foram de aproximadamente 200HV. Uma análise térmica foi desenvolvida no aquecimento e no resfriamento com o uso de um termopar inserido nas amostras a fim de se acompanhar as temperaturas de transformações de fases. Foram desenvolvidas equações empíricas correlacionando as propriedades mecânicas com os parâmetros de processo e as características microestruturais. As condições operacionais empregadas podem permitir uma extrapolação para a linha de produção, desde que haja um controle apurado destes parâmetros.

ABSTRACT

In the last years, several studies concerning ultra refinement of ferrite grains have been conducted by different methods (ECAP, ARB, HPT) in order to provide an optimized relationship between mechanical properties and microstructure of steels.

The ferrite strain induced dynamic transformation was studied in this work, through the application of plastic deformation by hot torsion experiments in two low carbon steels, a C-Mn and a Nb-Ti microalloyed respectively. The aim of this work is to obtain an ultrafine grained ferrite microstructure, providing superior mechanical properties, if compared to traditional hot rolled industrial products, as demonstrated by the mechanical tests performed. After heating at a rate of 1°C/s, austenitization at 900°C and 1200°C and 300s soaking, the samples were ice brine quenched. and then submitted to the torsion in temperatures of 700 and 740°C, involving 7 passes of deformation, up to a final true deformation of 1. The softening mechanisms were studied from the flow curves. Microstructure was analyzed by optical, scanning , transmission electron and scanning probe microscopy. The ferrite grain size evolution of the steels isothermally annealed at 800°C during six different times was verified. To evaluate the mechanical behavior of these steels tests of Vickers microhardness had been carried out, whose values at the end of the process reached approximately 200HV. The accumulation of deformation energy in the two-phase field provided favorable conditions for ferrite nucleation, leading to an ultrafine grained microstructure, in the order of 2µm, without the necessity of implementing an extremely high accumulation of strain. The shape of stress-strain curves so obtained suggested that refinement of ferrite occurred by dynamic recrystallization during hot working stage. Thermal analysis was performed on cooling and heating with the aid of a thermocouple embebed in the samples, to evaluate the phase transformation temperatures. Empirical equations were developed in order to establish a relationship between processing parameters, microstructures and mechanical properties. This processing route could be considered to be an industrial viable one for these steel grades, as long as there is a good control of these parameters.

INTRODUÇÃO

Os aços com baixo teor de carbono ocupam hoje cerca de 70% da produção mundial, objetivando aplicações industriais das mais variadas, desde imensos componentes estruturais até pequenas peças e dispositivos mecânicos.

A redução da presença de elementos de liga e a obtenção de estruturas ferríticas cada vez mais refinadas são metas da pesquisa atual, possibilitando a obtenção de excelentes propriedades mecânicas, limites de escoamento e limites de resistência elevados, mantendo considerável tenacidade. Destaca-se também o aspecto da facilidade na reciclagem destes produtos, justamente pela redução de elementos de liga.

O tamanho de grão mínimo atingido pelos processos industriais de tratamentos termomecânicos se encontra na faixa de 5 μ m. O refinamento de grãos obtido pelos processos industriais geralmente contribui de forma significativa para o aumento na resistência dos materiais ferrosos, mas um refinamento superior, especialmente abaixo de 1 μ m, é ainda mais eficiente neste aspecto. Materiais com grãos na faixa de 0,18 μ m são até seis vezes mais resistentes que os aços comerciais típicos.

Os aços de alta resistência e baixa liga constituem uma classe na qual as adições de elementos de liga e o processamento termomecânico foram combinados para alcançar um conjunto de propriedades mecânicas adequado através do controle de sua microestrutura. De acordo com o processamento e composição química, podem ser desenvolvidos limites de escoamento na faixa de 350 a 850MPa, triplicando, desta forma, os limites correspondentes nos aços carbono.

O processamento industrial tradicional desses materiais se concentra na laminação controlada, cujo conceito básico consiste no controle preciso da austenitização e das deformações e temperaturas durante a deformação a quente dos aços, visando o refino da microestrutura da austenita para resultar em uma estrutura ferrítica homogênea de granulação muito fina. Esta microestrutura origina-se, principalmente, do controle de

tamanho e da forma dos grãos austeníticos nos pontos de transformação. A precipitação de carbonetos de elementos de liga e/ou nitretos inibe o crescimento de grãos recristalizados de austenita nas altas temperaturas de deformação a quente, enquanto que a temperaturas mais baixas e de acabamento, estes precipitados inibem a recristalização juntamente com o crescimento de grão.

A laminação controlada incorporou ao final do seu processamento mais uma etapa, que consiste no resfriamento acelerado após a laminação a quente. O processo é caracterizado pelo aumento da taxa de resfriamento na faixa de transformação gama/alfa. O resfriamento acelerado refina ainda mais o grão ferrítico e, assim, melhora tanto a resistência mecânica quanto a tenacidade. As condições ótimas de cada uma dessas etapas dependem fundamentalmente da metalurgia física do aço. Esta, por sua vez, é função de sua composição química.

No sentido de melhorar a resistência mecânica, tenacidade e ductilidade dos aços (ARBL), a abordagem adotada tem sido pela redução dos elementos intersticiais (C,N) e pelo refinamento microestrutural. A perda de resistência, devida à redução destes elementos, é compensada através do refinamento de grão ferrítico e endurecimento por deslocamentos e solução sólida. Um processamento termomecânico controlado, que envolve deformação intensa, transformação de fases e formação de ferrita induzida por deformação é um meio importante de obter um controle microestrutural mais apurado, com resultados superiores à laminação controlada.

Os processamentos atualmente utilizados estão descritos neste trabalho, cujo enfoque principal é na aplicação de deformação plástica através de torção em aços de baixo teor de carbono. Inicialmente, estes foram austenitizados e resfriados bruscamente. A partir de uma estrutura metaestável (martensita), foram submetidos a uma deformação plástica através da torção a morno, seguido de recozimento intercrítico. Este acúmulo de energia por deformação no campo bifásico possibilita condições favoráveis para a transformação de fases, pelo aumento da quantidade de núcleos de ferrita, facilitando assim a obtenção de uma estrutura caracterizada pela presença de grãos ultrafinos.

2. OBJETIVOS

Constituíram-se objetivos deste trabalho:

- A obtenção em aço C-Mn e microligado com Nb-Ti de alta resistência e baixa liga (ARBL), de estruturas ferríticas ultrafinas para efeito de comparação das rotas de processamento e influência dos elementos de liga.
- Gerar equações empíricas que venham a correlacionar os parâmetros de processamento e microestruturais com as propriedades mecânicas obtidas.
- Produzir nas condições de laboratório uma simulação da deformação em laminação através de torção, apresentando os resultados com enfoque na caracterização da microestrutura e nas propriedades mecânicas.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Uma das metas atuais do desenvolvimento dos aços de baixo carbono é a melhoria de desempenho dos mesmos com minimização dos custos envolvidos, meta que pode ser atingida pela obtenção de microestrutura cada vez mais refinada por processamentos não complexos. Torna-se desejável evitar a presença de elementos químicos não essenciais em sua composição e que venham a acrescentar um aumento no aporte financeiro para este desenvolvimento.

Na figura 3.1 se apresenta um diagrama de equilíbrio Fe-Fe₃C, com detalhamento de região de composição de baixo teor de carbono, típico dos aços com microestrutura ferrítica.

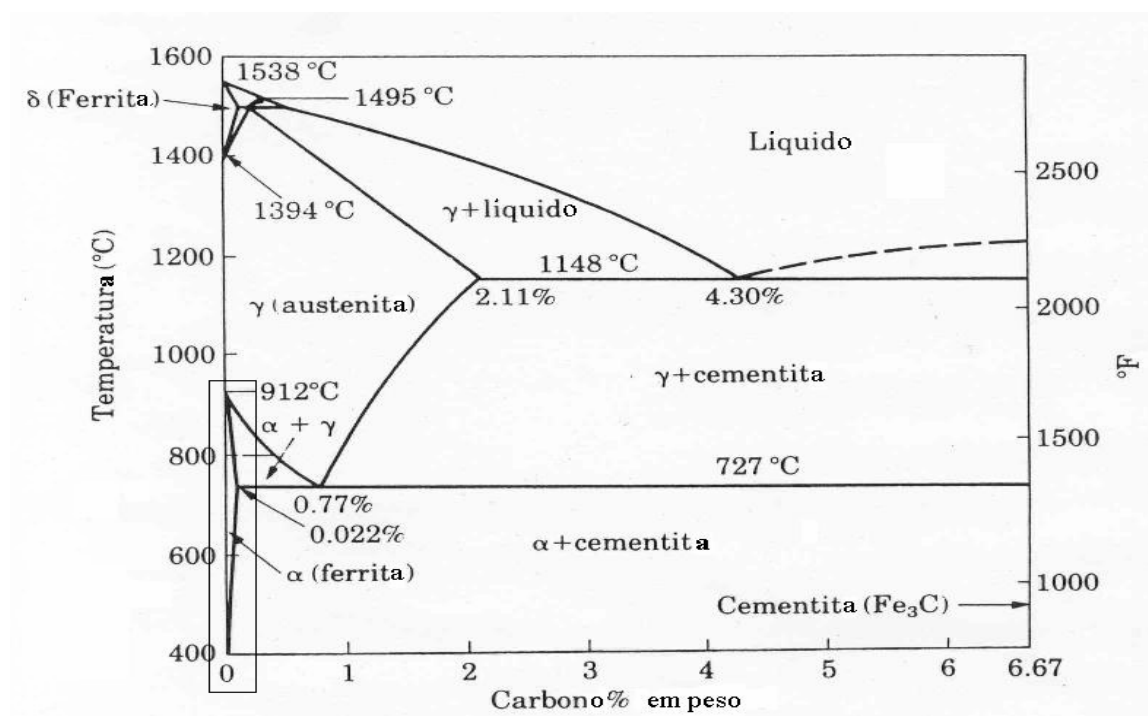


Figura 3.1- Diagrama de equilíbrio Fe-Fe₃C, com detalhamento de região de composição de baixo teor de carbono típico dos aços de microestrutura ferrítica .

Uma série de autores (Morrison, 1966; Grange, 1971; Miller, 1972; Hawkins, Galibois, 1979; Yang, 1985; Matsumura, Santos, 1987; Simielli, 1989; Alves, Santos, 1990;

Pereloma, 1996; Hickson, Hurley, Saito, Mabushi, 1999; Kelly, Hiodesato, Weng, Takaki, Wayne, Adachi, Perry, Thibaux, Priestner, Hou, Yang, Hayashi 2000; Kaibyshev, Hidaka, Rodrigues, Padmanabhan, Choo, Niikura, Ueji, Choi, Nagai, Chen, Namba, Hanamura, Morito, Haldar, Reddy, 2001; Belyakov, Davenport, Tsuji, 2002, Han, Hong, Liu, Santos, 2003; Beladi, 2004; Song; 2005) tem pesquisado e publicado trabalhos abordando a importância do refinamento microestrutural, não apenas de aços ferríticos, utilizando processamentos variados e descrevendo a melhoria de propriedades obtidas nestes materiais.

3.1 –(Relação de Hall-Petch) tensão de escoamento x tamanho de grão

Muitos estudos abordando o refino de grãos ferríticos vem confirmar a clássica relação de Hall-Petch, comprovando a dependência das propriedades mecânicas com o tamanho de grão (Morrison, 1966; Weng, 2000, Takaki, 2000; Hidaka, 2001; entre outros). A figura 3.2 demonstra graficamente esta dependência para um determinado caso, onde se relaciona o limite de escoamento do aço ao tamanho de grão, estabelecendo uma classificação comparativa entre grãos usuais e ultrafinos. Esta relação não se aplica em todos os casos, mas é geralmente aceita.

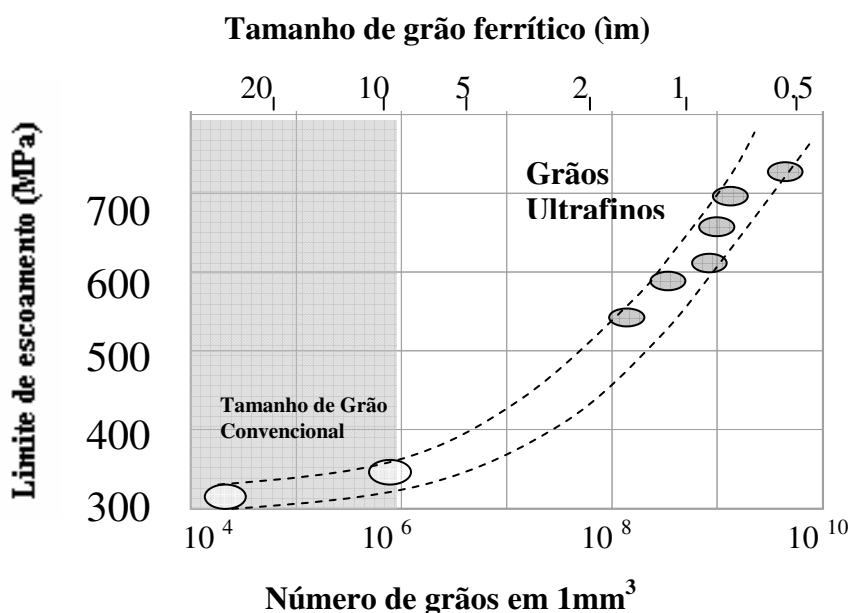


Figura 3.2- Dependência do limite de escoamento de um aço com o tamanho de grão, estabelecendo uma classificação comparativa entre grãos usuais e ultrafinos (Nagai, 2001).

3.2 – A transformação austenita-ferrita e a recristalização da ferrita

As condições da transformação austenita–ferrita, como apontado em vários estudos, tem influência decisiva na obtenção da microestrutura final (Galibois, 1979, Hawkins, 1979; Bengochea, 1998; Davenport, 2002.)

De acordo com Bengochea et al. (1998), o acúmulo de deformação na austenita não recristalizada afeta a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ pelo aumento de possíveis sítios para nucleação de grãos ferríticos. No caso da austenita não deformada, a ferrita nucleia no ponto tríplice, contornos e superfícies, nesta ordem de preferência. Na austenita deformada, existem sítios adicionais para esta nucleação no interior dos grãos, como as bandas de deformação e arranjos de deslocções, que aumentam a área efetiva para nucleação.

Além disso, o acúmulo de deformação pelo trabalho mecânico sobre a austenita a temperaturas abaixo da temperatura de não-recristalização, T_{nr} , leva a uma redução progressiva do tamanho de grão ferrítico obtida depois da transformação à temperatura ambiente. O tamanho de grão ferrítico também depende da taxa de resfriamento e do tamanho de grão austenítico original, como apresentado por Honeycombe (1980) e Umemoto et al. (1987).

Tem sido observado que a saturação de sítios dos contornos de grãos de austenita ocorre durante os estágios iniciais da transformação. Depois do crescimento competitivo entre os grãos de ferrita, esses tendem a crescer de forma geral. Quando isso ocorre, nota-se que o número de grãos por unidade de volume presente na microestrutura durante os primeiros estágios da transformação é reduzido em estágios posteriores, até que uma certa fração transformada seja atingida. Posteriormente, este número se mantém quase constante, ainda que ocorra nucleação dentro dos grãos austeníticos. Isto sugere que os grãos menores de ferrita vão também desaparecer por crescimento dos maiores nos estágios finais. O tamanho de grão final da ferrita não depende somente das taxas de

nucleação e crescimento, mas é também afetado pelo tempo. Como consequência, a eficiência de refinamento de grão que pode ser atingido por processamento termomecânico pode ser limitado, dependendo da taxa de crescimento da ferrita. Uma forma de reduzir esta taxa de crescimento durante a transformação é induzir a transformação a ocorrer num período curto de tempo e reduzir a temperatura rapidamente durante a transformação, como sugerido por Hurley, 1999 e Kelly, 2000.

O tamanho de grão final da ferrita parece não ser determinado diretamente pela taxa de nucleação, mas por uma competição/balanço entre a taxa de transformação e crescimento e provavelmente pelo número de sítios para nucleação sendo ativados no interior dos grãos austeníticos.

Davenport (2002) usou deformação em torção em seus estudos. Com relação à cinética de transformação, a deformação pode ser caracterizada como uma mudança de forma dos grãos e pelo desenvolvimento de uma sub-estrutura de deslocamentos (um acréscimo na energia armazenada) no interior dos grãos. A primeira leva a um aumento na área de contorno disponível para nucleação e/ou uma redistribuição dos sítios para nucleação, enquanto que a última pode conduzir a um aumento na força motriz para o crescimento e na introdução de sítios intragranulares para nucleação. Na deformação monotônica ambos parâmetros são fortemente dependentes da magnitude da tensão de deformação aplicada e não podem ser separados.

A recristalização, tema de discussão em inúmeras publicações, desempenha papel importante na obtenção da microestrutura final, como apresentado nos trabalhos de Galibois, 1979; Santos, 1987; Simielli, 1989; Alves, 1990; Husain, 1992; Yang, Hou 2000; Haldar, 2001; Belyakov, 2002.

Nas operações clássicas de laminação, seguidas de resfriamento ao ar, são obtidos bons níveis de refinamento de grão ferrítico ao terminar a laminação no campo austenítico à temperatura mais baixa possível e pelo aumento da deformação no último passe. Entretanto, apesar do acréscimo na resistência mecânica, tenacidade e ductilidade continuam sendo desfavoráveis por estas rotas de acordo com Niikura et al.(2001).

Outro meio de melhorar a combinação de resistência e ductilidade nesses aços de baixo teor de carbono é pelo desenvolvimento de grãos ultrafinos pela recristalização pós deformação. Este processo requer essencialmente como inibidor de crescimento de grão, uma deformação intensa próxima à temperatura de transformação inferior, A_1 , como apresentado por Dewsnap (1970). Nesse trabalho foram obtidos níveis de tensão de escoamento de 448 a 517MPa, enquanto que para aços normalizados esses apresentaram cerca de 310MPa com ductilidade muito pouco inferior.

Um método importante de diminuir o tamanho de grão efetivo e de desenvolver uma ótima combinação resistência x ductilidade é pelo desenvolvimento de uma estrutura poligonizada. Experimentos clássicos foram desenvolvidos neste campo por Parker e Washburn (1955). Com um tratamento de recozimento e redução de 8% por laminação a frio e recozimento subcrítico por 1800s a 690°C, seguido por resfriamento em óleo, obteve-se um limite de escoamento de 448MPa e um alongamento total de 22%, com bons níveis de ductilidade. Este mesmo aço, na situação de recozimento padrão, apresentava um limite de escoamento 28% inferior. Este comportamento foi atribuído à poligonização das deslocções introduzidas pela laminação a frio durante a operação de recozimento subcrítico final. A introdução destas deslocções e sua poligonização pelo trabalho a frio é a chave para estes ganhos em propriedades mecânicas, pois uma recristalização poderia promover um amaciamento excessivo do material.

Simielli et al. (1989) investigaram a recristalização da ferrita em dois aços microligados e pós deformação no campo ($\alpha + \gamma$). O processamento consistiu de testes de compressão interrompida a 740, 780 e 820°C e resfriamento em tempos variados com avaliação metalográfica do progresso da recristalização da ferrita. Um dos principais fatores a serem considerados na obtenção de estruturas refinadas é a temperatura de não-recristalização, T_{nr} , que conduz a uma microestrutura de grãos austeníticos alongados.

Quando se objetivam ganhos em ductilidade e tenacidade, se torna mais conveniente promover a deformação em campo monofásico, ainda que a deformação na região bifásica ofereça melhorias em termos de resistência. Tanaka (1984) afirma que a tenacidade depende do caráter da subestrutura de deslocções na ferrita deformada. A

tenacidade pode ser melhorada se a ferrita deformada se recristaliza em uma estrutura mais fina. Por outro lado, alguma deterioração é observada se a subestrutura não é recuperada, ainda que a tenacidade não seja afetada se a subestrutura consistir de subgrãos bem recuperados.

Dos elementos empregados no trabalho de Tanaka (Nb e Mo), o Nb teve maior capacidade de retardar a recristalização da ferrita. A nucleação da recristalização da ferrita ocorre principalmente na interface austenita/ferrita. Uma concentração de deformação ocorre nesta região em função das resistências ao fluxo plástico da austenita e da própria ferrita.

3.3 –Obtenção de aços de grãos ultrafinos

Morrison (1966), desenvolveu um processo denominado austenitização rápida e Grange (1971) já apresentava um tratamento chamado de austenitização rápida do aço, contrapondo-se à austenitização convencional (1200-1800s em aquecimento) para reduzir o tamanho de grão inicial de austenita. Um ciclo rápido de austenitização em banho de chumbo, seguido de um resfriamento rápido (menos de 5min) em salmoura ou óleo previniria o crescimento indesejável destes grãos.

Matsumura (1987) usou um sistema de deformação de vários passes acima de A_{r3} para aços C-Mn de médio teor com o fim de promover um refinamento microestrutural pela recristalização dinâmica da ferrita. O tamanho de grão ferrítico formado pela transformação induzida por deformação, ainda que sem mencionar uma ordem de grandeza, foi considerado pelos autores suficientemente pequeno para esta recristalização. A deformação cumulativa a quente em vários passes age como uma deformação intensa em único passe no que diz respeito à formação de sítios favoráveis à transformação. Até então, o tamanho de grão ferrítico dos aços comerciais laminados situava-se entre 3 e 5 μ m (ASTM nº 12-13). No seu trabalho, obtiveram-se grãos finos de dimensões inferiores a 3 μ m.

O estudo de Adachi (2000) demonstrou um processo denominado ausforming modificado para a obtenção de grãos ultrafinos da ordem de $1\mu\text{m}$. A deformação em baixa temperatura no campo γ e subsequente reaquecimento, seguido de resfriamento lento foi utilizado com o intuito de se criar grãos ferríticos submicrométricos. O mecanismo considerado como responsável por este refinamento é a formação de microbandas. A distribuição homogênea de grãos ultrafinos não pode ser explicada apenas como provocada pela redução do espaço entre contornos de grão austeníticos, mas também pela nucleação da ferrita no interior destes grãos. Esta ferrita se nucleia intragranularmente próxima a estes contornos. A subestrutura de deformação depende particularmente da temperatura de deformação. À medida que a deformação é aplicada a 800°C , células de deslocações são introduzidas em alguns grãos recristalizados, enquanto que a 530°C microbandas se formam predominantemente de forma intragranular. Com a deformação aplicada a 700°C , tanto células de deslocações quanto microbandas se formam, com maior presença da segunda. O tamanho destas células, assim como o espaçamento destas microbandas, é inferior a $1\mu\text{m}$, independentemente da taxa de deformação ou da própria redução empregada.

Hayashi et al. (1999) propuseram um método de forjamento multiaxial (para amostras de pequenas dimensões) para obter grãos ultrafinos. O forjamento multiaxial possibilitou a obtenção de grãos ferríticos equiaxiais finos, diferentemente dos grãos achatados obtidos pela compressão uniaxial. O aço empregado foi da classe de 400MPa, baixo C (0,05%) para garantir boa soldabilidade e alto Mn para permitir uma estrutura martensítica na têmpera. As amostras martensíticas foram aquecidas a 913K (abaixo de A_{e1}) e então forjadas, seguindo-se o resfriamento em água. Os blocos de martensita tem larguras que variam de 10 a 30 μm , inferiores aos grãos originais de austenita, da ordem de 100 μm . Estas dimensões originais são determinantes no que diz respeito às finais objetivadas.

O refinamento do grão também pode ser obtido pelos métodos descritos a seguir:

3.3.1 - Moagem de alta energia

A moagem mecânica do pó do ferro, um processamento limitado nas dimensões de peças que podem ser produzidas, é uma das técnicas úteis para conseguir ultra refinamento de grãos. Por exemplo, no trabalho de Takaki (2000) o tratamento que usa o moinho de esferas de alta energia produz um grão refinado a 20-30 nm, o que resulta em endurecimento notável do pó do ferro e alta resistência (9,5 GPa). No recozimento do pó, as partículas muito finas do óxido (Fe_3O_4) desempenham um papel importante para manter o tamanho de grão fino com o efeito de fixar o contorno de grão. O pó de Fe mecanicamente moído pode ser consolidado para proporcionar aumento nas propriedades mecânicas sem perder a estrutura ultrafina, devido à contribuição benéfica do óxido finamente disperso. A consolidação destes pós entretanto não deve ser realizada acima de 1000K em função do crescimento de grãos e por outro lado é impraticável abaixo de 900K. A temperatura crítica para a consolidação foi 923K. O limite de resistência aumenta com refinamento de grão e a relação de Hall-Petch para o tamanho de grão em torno de 0,2 μm obtida foi a seguinte:

$$\sigma_{0,2} \text{ (MPa)} = 100 + 0,6d^{-1/2}; d \text{ (}\mu\text{m)} \quad (3.1)$$

No teste com o tamanho de grão inferior a 1 μm , o alongamento uniforme desaparece completamente devido ao notável acréscimo na resistência mecânica. Com relação à dureza, a relação de Hall-Petch foi confirmada também :

$$\text{HV(MPa)} = 330 + 2,0d^{-1/2} \quad (3.2)$$

A DBTT abaixa com refinamento de grão, mas a energia absorvida no impacto torna-se menor quando tamanho de grão é abaixo de 5 μm .

$$\text{DBTT(K)} = 330 - 0,33d^{-1/2} \quad (3.3)$$

O comportamento do pó de ferro consolidado difere grandemente das chapas de aço laminadas a frio no que tange ao amaciamento durante o recozimento. O pó consolidado só amacia por crescimento de grão, enquanto que as chapas de aço laminadas a frio passam também por um processo de recristalização da matriz ferrítica deformada durante o recozimento.

Segundo Hidaka et al. (2001) em ligas de Fe-C mecanicamente moídas com grãos inferiores a 100 nm o comportamento das propriedades mecânicas se desvia da relação de Hall-Petch, apresentando queda de valor para tais dimensões de grãos, dando a entender que o acréscimo de resistência por refinamento de grãos nas ligas Fe-C tem um limite de $HV=12\text{GPa}$.

3.3.2 - Processamento termomecânico controlado – (TMCP)

Mabushi et al. (1999) relatam a obtenção de estruturas ferríticas ultrafinas em placas de aço de grandes dimensões. Os TMCP (Thermo Mechanical Control Process) compreendem laminação (TMR) sem resfriamento acelerado, com resfriamento acelerado (AC), resfriamento direto (DQ), resfriamento intercrítico (L-treatment) e suas combinações. Os TMCP gerais exceto TMR são descritos basicamente como laminação com resfriamento ao ar, seguidos de vários tipos de resfriamento acelerado após o final da laminação.

A figura 3.3 retirada do trabalho de Niikura et al. (2001) apresenta os principais tipos de processamento termomecânico controlado, tendo como referência as temperaturas de transformação no aquecimento e resfriamento. A deformação pode ser realizada acima da temperatura de transformação austenita-ferrita no resfriamento, no intervalo entre as temperaturas de início de fim da transformação e abaixo da temperatura de transformação ferrita-austenita no aquecimento.

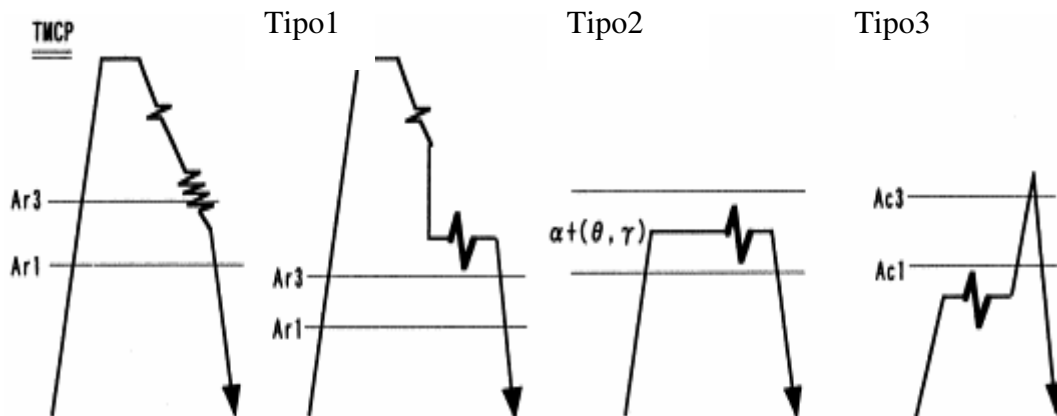


Figura 3.3- Ilustração esquemática demonstrando três tipos de processos de deformação intensa utilizando o processamento termomecânico controlado.

Os grãos ultrafinos de camadas superficiais das placas de aço (SUF) podem ser formados através de três principais mecanismos:

- (1) Refinamento de grãos ferríticos por sua recuperação e recristalização, devido ao acúmulo de deslocamentos pela deformação a quente e aumento na fração de ferrita no processo de aquecimento;
- (2) Precipitação de ferrita pelo reaquecimento da austenita super-resfriada devido à suficiente força motriz para a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$;
- (3) A influência da transformação induzida por deformação ou aumento de sítios para nucleação nas bandas de deformação, devido à deformação progressiva da austenita super-resfriada no processo de reaquecimento;

O crescimento dos grãos ultrafinos de ferrita formados pelos mecanismos citados é suprimido pelos precipitados finos de cementita dispersos ao longo dos contornos de grãos ferríticos e seus contornos de sub-grãos.

O TMCP é empregado com sucesso em plantas industriais de aço em várias partes do mundo, e abrange uma variedade de aços de alto desempenho mecânico (ARBL). O refino microestrutural em TMCP é obtido por: (1) redução no tamanho de grão recristalizado; (2) aumento dos sítios de nucleação para a transformação na temperatura

de recristalização; (3) aumento na força motriz para a transformação em resfriamento acelerado. Entretanto, o tamanho de grão mínimo tradicionalmente conseguido por TMCP é limitado a 10-20 μm para o tamanho de grão austenítico recristalizado e a 5-10 μm para o tamanho de grão ferrítico formado segundo Mabushi et al (1999).

No trabalho de Niikura et al. (2001), se descreve um projeto japonês chamado " Ferrous Super Metal Project (Projeto Super Metal Ferroso) ", que foi iniciado em 1997, objetivando a obtenção de grãos ultrafinos abaixo de 1 μm para o aço C-Si-Mn. A deformação intensa de 0,7 por passe foi empregada como técnica chave para alcançar o objetivo, e foi revelada em estudos laboratoriais: (a) para aumentar a transformação e recristalização difusional em uma faixa de temperatura muito mais baixa do que para o TMCP convencional; (b) para aumentar a transformação e a recristalização dinâmicas que trariam a deformação aproximadamente contínua na microestrutura já refinada; (c) para induzir um aumento grande da temperatura que acompanha o aquecimento adiabático da deformação, que resultaria na transformação reversa espontânea dentro da região aplicada. Com a deformação intensa na fase α , a temperatura do material pode exceder a temperatura de transformação reversa, fazendo com que uma transformação espontânea venha a ocorrer sem o subsequente reaquecimento para austenitização. Com a deformação de 1,2 ocorreu um aumento de 80°C, o suficiente para austenitizar completamente o aço.

O refinamento bem sucedido de grão, ao redor de 1 μm no tamanho de grão da ferrita, foi realizado em escala de laboratório para tal deformação intensa em (1) super-resfriamento - região de 500 a 700°C com a indução da transformação difusional de baixa temperatura; (2) região em torno de 700°C com a indução da recristalização de baixa temperatura; (3) a transformação reversa espontânea demonstrou também resultar em tamanho de grão muito fino, ao redor de 1 μm , na região da deformação intensa - em torno de 550°C, bem abaixo da temperatura A_{r1} no aço denominado 9Ni no estudo de Niikura et al. (2001).

Chen et al. (2001) apresentam o desenvolvimento de um novo processo de deformação multiaxial, chamado de Maxstrain[®], que aplica uma deformação intensa ao associar rotação e travamento das extremidades da amostra impedindo o fluxo longitudinal. Os parâmetros são precisamente controlados, tais como temperatura, deformação e taxa de deformação. Com o travamento, as amostras tem acréscimo em largura sem o aumento no comprimento que eventualmente manteria o volume constante. A amostra é girada em 90^o e deformada novamente por vários ciclos. O ciclo compreende aquecimento e subsequente resfriamento. As amostras analisadas longitudinalmente apresentaram grãos da ordem de 1 μ m.

Segundo este estudo, acredita-se que laminação de desbaste acima da temperatura de não-recristalização (T_{nr}) não é crítica. Entretanto, a taxa de resfriamento depois da laminação para a temperatura de deformação é importante. Uma alta taxa de resfriamento reduziria a temperatura Ar_3 , a temperatura de transformação austenita-ferrita. Uma deformação nominal de 1,4 acumulada abaixo de T_{nr} é necessária para atingir suficiente energia armazenada através de orientação de deformação. Uma deformação de 2,5 ou mais pode ser necessária para atingir o ultrarefinamento de 1 μ m para os aços carbono típicos. Com a deformação intensa abaixo de T_{nr} , a deformação acumulada pode induzir a transformação dinâmica de fase, também conhecida como transformação de fase induzida por deformação. Uma alta taxa de resfriamento após deformação também pode ser benéfica, à medida que permite super-resfriar a austenita e parar o crescimento da ferrita após a transformação de fase.

3.3.3 - Laminação de aços com estrutura martensítica

No trabalho de Tsuji et al.(2002), um aço com microestrutura de martensita em ripas, laminada a frio com 50% de redução (deformação equivalente a 0,8), foi recozido em temperaturas variando de 200 a 700°C por 1800s. Os espécimes recozidos a morno mostraram uma microestrutura composta de grãos equiaxiais ultrafinos (tamanho de grão médio de 180 nm), de martensita em parte, e nano-carbonetos precipitados

uniformemente. Os materiais multifásicos nano-estruturados mostraram um elevado limite de escoamento (870MPa) e alongamento uniforme de 8%, e total 20%.

É sabido que a deformação intensa pode produzir microestrutura ferrítica ultrafina cujo tamanho de grão médio é menor que 1 μm . Estes autores desenvolveram um processamento de deformação intensa à produção contínua de vários materiais de dimensões grandes, chamado de “accumulative roll-bonding (ARB)” antes, e obtiveram ligas de aço e de alumínio ultrafinas por ARB (Tsuji, 2002). Entretanto, todos os processos de deformação intensa necessitam uma quantidade grande de energia plástica e de procedimentos especiais, do mesmo modo que as rotas diferentes de refinamento de grãos. Foi apresentado no trabalho citado um outro processo simples para se obter aços nanoestruturados, cujo ponto chave deve partir da martensita.

Um processo simples e inovador para obter o aço baixo carbono nanoestruturado sem deformação plástica intensa foi desenvolvido por esta rota apresentada por Tsuji et al.(2002). Os espécimes nanoestruturados demonstraram propriedades mecânicas superiores. Considerando que o processo atual é muito simples e não necessita de condições especiais, seria fácil adaptar este método ao uso industrial. A razão porque a estrutura ferrítica ultrafina poderia ser obtida sem deformação plástica intensa é discutida neste trabalho, onde estudaram o processo de formação de grão ultrafino. Os autores chamaram este processo de recristalização “in situ”. Belyakov et al. (2002) desenvolveram um estudo similar para uma aço inoxidável austenítico da classe AISI 304 e Tsuji et al.(2002) avaliaram processos similares na recristalização contínua de cobre. O processo da formação da estrutura nanogranulada no material utilizado seria o mesmo. Somente após a redução por laminação 50% (deformação equivalente de 0,8), a amostra mostrou a estrutura lamelar fina com desorientação local considerável, que é similar às observadas nos materiais altamente deformados plasticamente. Esta deformação induz a estrutura de grãos ultrafinos gerada pelo mecanismo de recuperação durante recozimento em temperaturas baixas, ou seja, da ordem de 500°C.

A laminação a frio e recozimento da martensita em aços alto carbono foram estudadas já por Ameyama et al. (1988) e Takaki et al. (1991). Ameyama et al. encontraram um

refinamento de grão da austenita pela transformação da martensita deformada, e Takaki et al. esclareceram o comportamento da recristalização da martensita laminada a frio. Entretanto, não avaliaram a mudança microestrutural em temperaturas intermediárias da ordem de 773K, ou seja, 500°C.

Hayashi et al. (1999) relataram a formação da ferrita de grão fino (tamanho de grão de 1 μm) pelo forjamento multiaxial da martensita a 913 K, no aço 2% Mn-0.05%C. Esse estudo indica a eficácia do uso da martensita como microestrutura inicial para posterior processamento termomecânico, objetivando o refinamento do grão, embora apliquem uma deformação intensa e enfatizem a importância da deformação multiaxial.

A martensita tem uma hierarquia de três níveis em sua morfologia: ripa, bloco e pacote. Um grão de austenita é subdividido em diversos pacotes e blocos na formação da martensita. A maioria dos contornos entre os blocos de martensita e os contornos de pacote são contornos de alto ângulo. Pode ser dito, conseqüentemente, que a martensita tem um tipo de estrutura de granulação fina no estado recém-transformado. Além disso, diferente da estrutura de grãos equiaxiais em microestruturas convencionalmente recristalizadas, os blocos e os pacotes da martensita têm a forma angular. Tal densidade elevada dos contornos de alto ângulo e a forma complicada dos blocos e dos pacotes produziria o efeito forte do confinamento durante a deformação plástica. O confinamento faz com que a deformação não homogênea (sub-divisão de grão) resulte numa microestrutura ultrafina altamente desorientada. Esta deve ser uma das razões porque a microestrutura inicialmente martensítica é eficaz em produzir grãos ferríticos ultrafinos. Adicionalmente, a martensita tem a densidade de deslocações elevada.

Os autores também encontraram em estudos paralelos, Tsuji et al.(2000), que aplicação de deformações elevadas (próxima a 4) são necessárias para se obter uma estrutura fina lamelar com grande desorientação quando um aço do tipo JIS-SS400 Fe-0,13%C-0,0043N-0,01Si-0,37Mn-0,020P-0,004S) com microestrutura inicial ferrita-perlita com baixa densidade de deslocações, é laminado a frio. Uma elevada densidade de deslocações também propicia ocorrer uma deformação não homogênea e conduziria a uma recuperação que venha a formar grãos ultrafinos durante o recozimento em

temperaturas elevadas. Além disso, os carbonetos finos precipitam-se uniformemente da solução sólida supersaturada de carbono (martensita) durante o recozimento, e inibem o crescimento dos grãos ferríticos.

3.3.4 - Colaminação sequencial - (ARB)

O empilhamento dos materiais e a união por laminação convencional é apresentado no processo descrito no trabalho de Saito et al. (1999). O processamento está representado esquematicamente na figura 3.4.

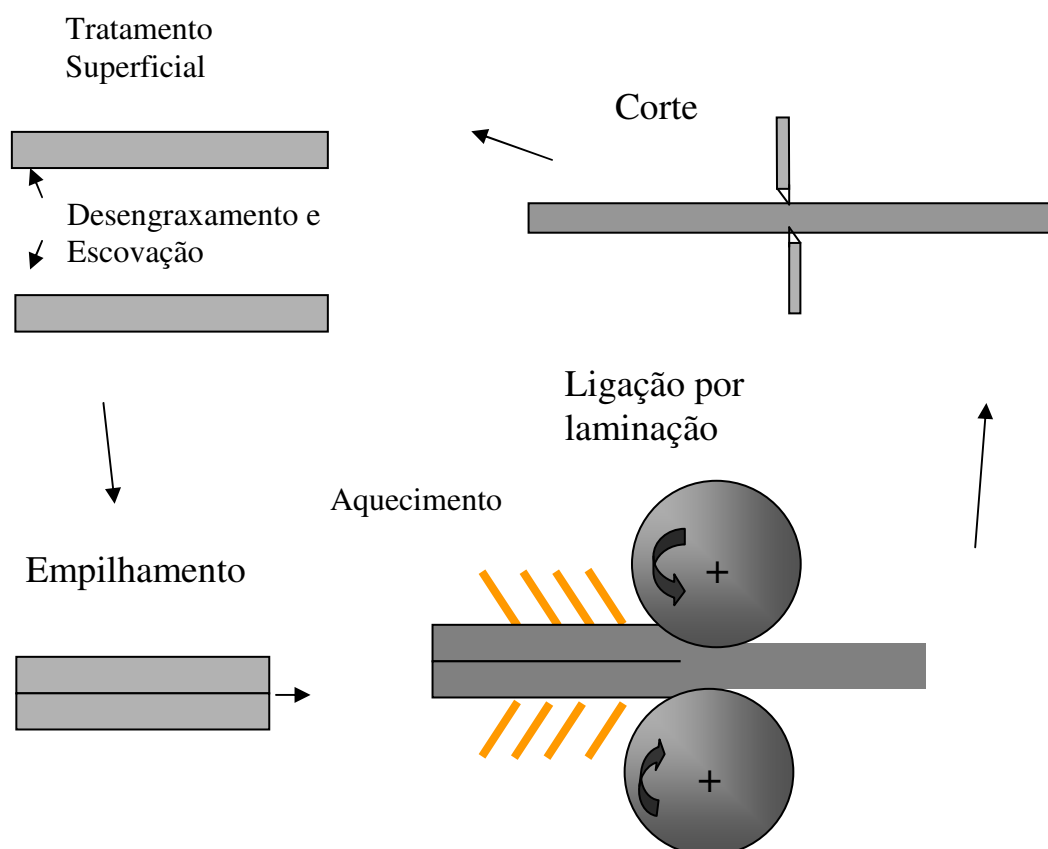


Figura 3.4 - Esquema da colaminação sequencial (ARB)

Inicialmente, uma tira é colocada ordenadamente sobre outra tira. As duas tiras são tratadas nas superfícies a fim realçar a força de ligação. As duas camadas de material são

unidas por laminação, como em um processo convencional da colaminação. Então, o comprimento do material laminado é seccionado em duas metades. As tiras seccionadas outra vez são tratadas superficialmente, empilhadas e laminadas. O processo inteiro é repetido várias vezes. O processo deve ser conduzido em temperatura abaixo da temperatura de recristalização, porque a recristalização elimina os efeitos da deformação. Existe um limite mínimo de redução na espessura, isto é, deformação do ponto inicial para alcançar a união suficiente. Sabe-se que a deformação do ponto inicial diminui com temperatura. Se a temperatura for suficientemente baixa, isto significa que os materiais podem ser unidos sem recristalização.

Saito et al.(1999) relatam que os materiais com grãos ultrafinos (submicrométricos) mostram uma resistência elevada em temperaturas ambientes, deformação superplástica de alta taxa em temperaturas elevadas, e a resistência à corrosão elevada. Estes materiais, conhecidos como super-metais, são de muito interesse no momento. Foram produzidos por várias técnicas não usuais tais como solidificação rápida, deposição de vapor, mecano-síntese, conformação metálica criogênica e deformação plástica intensa (SPD), que é considerado o processo mais apropriado para a aplicação industrial.

A laminação subsequente melhora suficientemente as ligações introduzidas em um ciclo precedente. A estrutura intensamente deformada pode ser observada na região superficial. Após cinco ciclos, a espessura inteira é coberta por grãos alongados muito finos e são muito difíceis de observar grãos individuais. A estrutura é de grãos equiaxiais. Os tamanhos de grão são menores que $0,5 \mu\text{m}$. Conseqüentemente, foi concluído que uma estrutura (submicrométrica) ultrafina de grãos com fortes desorientações, isto é, policristalina, se formou.

Nota-se claramente que o processo (ARB) causa grãos ultrafinos (submicrométricos) e resistência surpreendente. Estes efeitos foram confirmados experimentalmente por Saito (1999) em três materiais: alumínio (1100), liga de Al-Mg (5083) e aço IF ligado com Ti. Há dois mecanismos adicionais possíveis no processo de ARB que diferem de outros processos de deformação. O primeiro mecanismo possível é o efeito da deformação

intensa por cisalhamento na região superficial. Relataram que a deformação severa por cisalhamento é introduzida pela fricção entre a peça e o cilindro. Esta deformação intensa aumenta significativamente a tensão equivalente e promove o refinamento de grão. Além disso, o processo de ARB pode introduzir esta região intensamente deformada no interior do material pela repetição. A espessura inteira dos materiais pode ser deformada intensamente após diversos ciclos.

Outros fatores como inclusões e películas de óxido contribuem à resistência e podem agir como obstáculos para o crescimento de grão. Entretanto, o mecanismo geral do refinamento de grão durante ARB é ainda incerto no estágio atual e requer estudos adicionais. A vantagem deste processo com relação a outros processos de SPD é sua produtividade elevada e a praticabilidade de produção de material com grandes dimensões. Embora as experiências sejam realizadas com materiais de 20 milímetros de largura neste estudo, supõe-se que a aplicação para outros materiais tais como tiras largas em bobinas não seja difícil. O processo não requer máquinas especiais porque a colaminação é adotada extensamente na produção de aços revestidos, dando uma indicação de que este processo pode ser prontamente industrializado.

3.3.5 - Deformação em temperaturas baixas

Yang et al. (2000) apresentaram um estudo controlando os parâmetros de deformação entre $30^{\circ}\text{C} + \text{Ae}_3$ e $\text{Ar}_3 - 20^{\circ}\text{C}$ baseando-se na análise da quantidade de deformação, onde declaram que a fração volumétrica de ferrita e a recristalização são dependentes da redução. A taxa de deformação tem influência na quantidade crítica de deformação para promover a formação de ferrita induzida por deformação. O volume formado de ferrita é pouco influenciado pelo processo de resfriamento, mas este age como fator controlador da taxa de crescimento de grãos, que atingiram cerca de $2\mu\text{m}$.

3.3.6 - Laminação a morno e recozimento intercrítico

No trabalho clássico de Hawkins (1979), se configurava uma situação até então insuperável de acréscimo de resistência e aumento na DBTT, com decréscimo da

ductilidade e tenacidade pelo aumento na densidade de deslocações impostas pela deformação em temperaturas mais baixas (500°C). Os materiais foram laminados a 500 e 650°C. À medida que o grau de deformação por laminação a morno aumenta, a anisotropia exerce pequenas variações sobre a resistência até que se atinja um valor máximo de deformação, ponto no qual a resistência avaliada no sentido transversal da chapa é até 10% maior do que no longitudinal. O efeito na ductilidade é ainda mais significativo, com uma redução de área 11,5% maior no sentido longitudinal que no transversal e um alongamento longitudinal maior em 23%.

Em trabalhos mais recentes como o de Hou et al. (2000) se enfatiza a influência da recristalização como parâmetro chave da resposta das propriedades mecânicas. Deformações intensas por laminação foram impostas no campo intercrítico promovendo, assim, a recristalização dinâmica da ferrita. Quando os aços tinham em sua composição microligantes como Nb-Ti, foram obtidos grãos ferríticos de dimensões submicrométricas, pois estes elementos agem como inibidores ao crescimento de grão. O limite de resistência encontrado neste caso se situou na faixa de 600MPa.

O endurecimento por encruamento e o amaciamento dinâmico se comportam de maneiras contrárias, onde se estabelece um processo de balanço entre influências. A geração de deslocações e suas interseções durante a deformação plástica levam a um endurecimento, enquanto que a recuperação e a recristalização atenuam estes efeitos, pela aniquilação de deslocações por escorregamento cruzado e escalada com ajuda da tensão aplicada e da ativação térmica. Materiais metálicos com alta energia de falha de empilhamento são propensos à recuperação dinâmica, pela facilidade de ocorrer escalada das deslocações. Em metais com baixa energia de falha de empilhamento, escorregamento cruzado e escalada não ocorrem tão facilmente, de forma que o mecanismo de recristalização dinâmica predomina, como apresentado por Semiatin et al. (1985).

Em Rodrigues et al. (2001), de acordo com a figura 3.5, um novo processamento visando a obtenção de grãos ultrafinos é empregado, porém garantindo ganhos em resistência e a manutenção da ductilidade. A rota foi de austenitização (1200 e 900°C) e

resfriamento rápido (têmpera), seguido de aquecimento e encharque por 1800s a 740°C e posterior laminação a morno (700°C) e recozimento intercrítico a 800°C (1 a 180 min). Um material laminado a morno acumula menor quantidade de energia que o laminado a frio, portanto se requer uma temperatura mais elevada para promover sua recristalização. Para se evitar um crescimento de grão durante o recozimento as condições cinéticas devem ser evitadas, ou seja, deve-se acelerar esta etapa. O elemento diferencial desse processamento se encontra na estrutura fina e altamente deformada originalmente obtida pela têmpera, que vai facilitar subsequente a nucleação da ferrita durante o recozimento e recristalização.

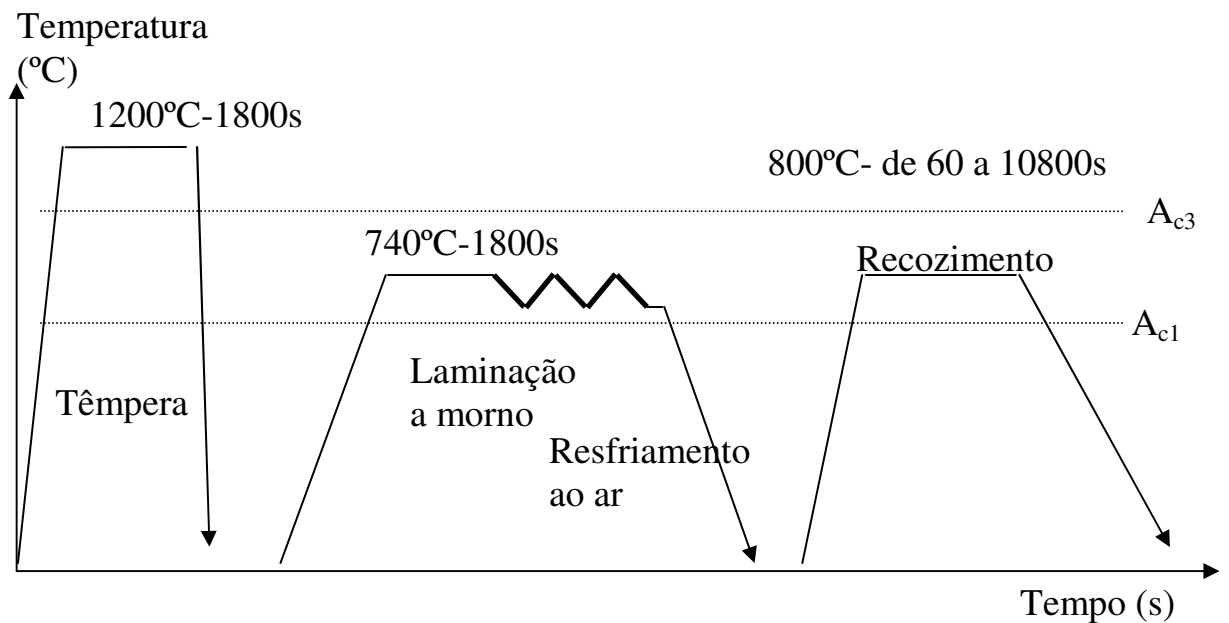


Figura 3.5 –Laminação a morno seguida de recozimento intercrítico (Rodrigues, 2001).

3.3.7- Transformação induzida por deformação

Um processo novo de laminação de tiras de aço, descrito em Hurley et al. (1999) foi descoberto recentemente usando uma combinação de cisalhamento intenso da tira na superfície, resultante da fricção entre a tira e os cilindros, para promover um refinamento notável do grão da ferrita.

Uma nova abordagem de processamento termomecânico foi descrita que permite ultra-refinamento de ferrita poligonal (diâmetro inferior a 2 μm) a ser conseguido na região de superfície da tira de aço laminado a quente em único passe, em consequência da formação intragranular da ferrita na saída da tira dos cilindros. Mostrou-se que a ferrita se forma em consequência da transformação induzida por deformação, conduzindo à nucleação intragranular rápida da ferrita na austenita.

Foi constatado que:

- (1) quando a temperatura da entrada da tira no cilindro estava abaixo do A_{r3} , a ferrita do contorno de grão se formou antes da laminação. Esta ferrita relativamente grossa permaneceu após o passe de laminação mesmo com a deformação intensa. Se a recristalização ou a recuperação da ferrita fossem os únicos mecanismos responsáveis pela formação da ferrita ultrafina, então esta ferrita do contorno de grão também tornar-se-ia refinada durante a laminação;
- (2) partículas finas de carboneto foram observadas freqüentemente em contornos de grão e em junções triplas depois que a tira foi resfriada ao ar. Estes carbonetos se formariam em tais posições durante a transformação desde que estas representassem as últimas regiões da austenita para se transformar, e que se fossem enriquecidas de soluto durante a transformação da ferrita;
- (3) a análise que usa a técnica EBSD confirmou que a ferrita formada dentro dos grãos individuais da austenita era fortemente microtexturada. Isto é explicado facilmente ao se supor que a nucleação da ferrita dentro dos grãos individuais da austenita mantém um relacionamento de orientação do tipo Kurdjumov-Sachs com a austenita durante a transformação;
- (4) a transformação da textura de deformação da austenita esperada na região de superfície da tira em 800°C, supondo um relacionamento da orientação de Kurdjumov-Sachs entre a austenita e a ferrita, conduziu a predições exatas das texturas exibidas pela ferrita ultrafina na camada de superfície laminada. Isto forneceu a evidência que a ferrita ultrafina se formou em consequência da transformação da austenita que se tinha submetido à intensa deformação cisalhante durante a laminação.

3.3.8 - Deformação multidirecional

Neste processo, a amostra é girada 90° em cada passagem na laminação para executar um tipo de deformação multi-direcional.

Para obter boa reciclabilidade e soldabilidade em aços baixos C-Si-Mn, o refinamento de grão sem elementos microligantes foi executado por Nagai (2001). O tamanho de grão ultrafino foi obtido para barras quadradas longas de 18 mm de largura e 20 m de comprimento. O limite de resistência foi elevado de 300MPa, no tamanho de grão de 20 μm , para 740MPa, no tamanho de grão de 0,5 μm . A temperatura de transição dúctil-frágil, DBTT, foi mais baixa que 120 K. Entretanto, a ductilidade foi deteriorada em consequência do processamento que levava ao refinamento dos grãos. Assim, as partículas finamente dispersas de cementita foram incluídas para se obter um ductilidade melhor, especial para um alongamento uniforme. Um alongamento uniforme de 7% e um alongamento total de 20% foram obtidos para o nível mais elevado de resistência.

O Instituto de Pesquisa Nacional para os Materiais (NRIM, Japão) começou um projeto em 1997 chamado Ultra-Steels ou STX-21 (Material Estrutural Xs para o 21° século) para perseguir "resistência dobrada e a vida dobrada". Foi investigado "o aço ferrítico classe 800MPa para soldagem" que tem as composições químicas similares ao aço baixo carbono da classe de 400MPa. O objetivo é obter o dobro da resistência pelo refinamento de grão. Combinações de elementos de fácil obtenção são desejáveis, assim como materiais que venham a cobrir várias necessidades. Sob esse aspecto, os aços de Si-Mn estão entre os melhores dentre os aços comuns. Para uma boa soldabilidade, as composições químicas devem ser baseadas em um sistema baixo C-Si-Mn.

Foi percebido que o limite de escoamento de aços ferrita-perlita C-Si-Mn pode ser mais do que dobrado pelo refinamento de grão da ordem de 1 μm . Esta melhoria pode ser obtida sem nenhum elemento de liga.

A deformação plástica multi-directional introduzida nos aços desempenha um papel importante no refinamento dos grãos. Como mostrado em inúmeros estudos, o tamanho de grão médio da ferrita, que é transformada a partir da austenita deformada e não-recristalizada, torna-se mais fino com um aumento na deformação plástica, que pode provocar transformação da austenita induzida por deformação. Assim, quando uma estrutura uniforme de ferrita ultrafina é desejada, a distribuição homogênea de uma grande quantidade de deformação plástica tem que ser introduzida no campo austenítico por todo o material. Entretanto, a deformação plástica localiza-se freqüentemente em alguma parte da espessura na laminação, e não se espalha sempre sobre todo o material.

Para obter uma estrutura fina e uniforme, o fator mais importante é o tamanho médio dos grãos da ferrita formada a partir da austenita deformada, além da temperatura e da taxa de deformação. Isto significa que grãos finos de ferrita podem se formar por todo o material quando as tensões plásticas são introduzidas em qualquer parte do material. Quando o material é deformado não-simultaneamente em vários sentidos diferentes, ou seja, em uma deformação multi-directional, uma quantidade grande de deformação pode ser introduzida mais homogênea pelo material. Uma simulação numérica combinada com uma confirmação experimental foi realizada para esclarecer a utilidade da deformação multi-direcional para a fabricação das amostras em grande escala dotadas de grãos ultrafinos de ferrita. Primeiramente, uma técnica de elementos finitos é usada para comparar as distribuições plásticas da deformação pela compressão unidirecional e pela compressão bidirecional. A compressão bidirecional é considerada eficaz para introduzir uma grande quantidade de deformação plástica no material. Somente a compressão bidirecional trouxe uma fração grande de volume da área de grãos ultrafinos, como demonstrou Nagai (2001).

Foi obtida uma combinação excelente do limite de escoamento e alongamento uniforme. O limite de escoamento foi dobrado se comparado àquele para a microestrutura original. Estes são comparáveis àqueles do aço martensítico comercial. Este estudo permitiu uma compreensão nova da temperatura de transição dúctil-frágil muito baixa sem Ni. Seguindo este processamento, pode-se focalizar na produção de placas com uma espessura de mais de 10 mm. Para o desenvolvimento de uma placa tão

grossa com uma microestrutura ultrafina, devem ser aplicados novos conceitos de deformação multi-direcional na laminação. Além disso torna-se muito importante, do ponto de vista de melhoria de propriedades mecânicas, reduzir a deterioração da tenacidade. No aspecto relativo ao desempenho em soldagem, é de muito interesse evitar o crescimento excessivo de grãos na zona termicamente afetada.

3.3.9 - Deformação Plástica Intensa (SPD)

3.3.9.1 - Extrusão em canais equiangulares (ECAP) e Torção sob alta compressão (HPT)

Os primeiros processos de ECAP foram propostos na União Soviética cerca de 10 anos atrás, como apresentado nos estudos de Valiev et al. (1993), demonstrando ser um método capaz de promover um grande refinamento na estrutura dos aços, assim como a deformação torsional de alta pressão (HPT). As figuras 3.6 e 3.7 apresentam respectivamente estes métodos de deformação intensa.

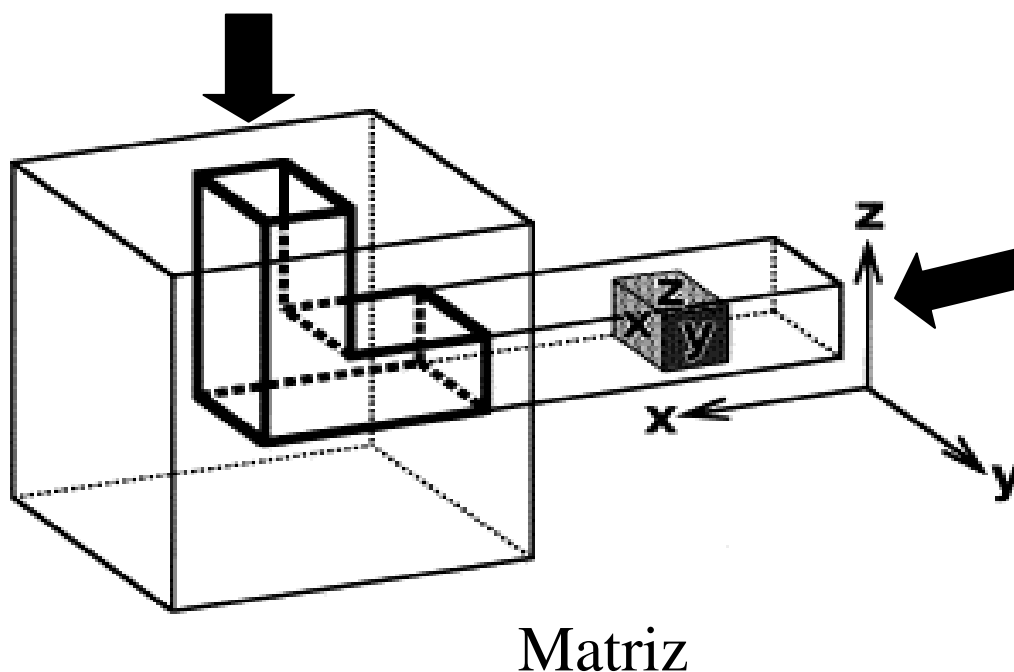


Figura 3.6 –Representação da extrusão em canais equiangulares.

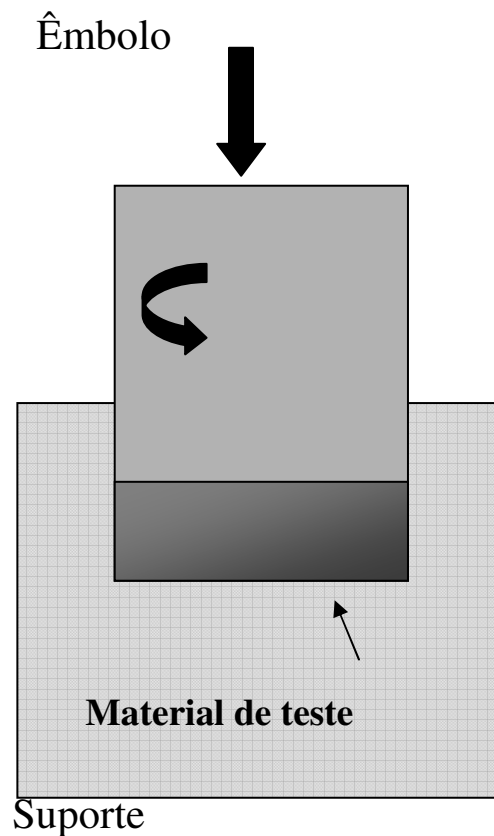


Figura 3.7- Representação esquemática de torção sob alta pressão (HPT)

Os processos especiais tais como a compressão cíclica da extrusão (CEC), a (ECAP) extrusão em canais equiangulares e a torção sob alta compressão (HPT) têm sido propostos, assim como SPD, e aplicados com sucesso a vários materiais. Entretanto, estes processos têm dois inconvenientes principais. Primeiro, máquinas com capacidades grandes da carga e processos de aquisição de dados caros são indispensáveis para estes processos. Segundo, a produtividade é relativamente baixa e a quantidade de materiais produzidos é muito limitada. Estes processos são considerados impróprios para a aplicação prática, especialmente para materiais estruturais de dimensões maiores.

Materiais de grãos ultrafinos tem propriedades mecânicas excelentes com tamanho de grão de ordem submicrométrica comparadas com os materiais de grãos finos convencionais, assim como materiais de granulação grossa. Diversos métodos foram

desenvolvidos para obter materiais de grãos ultrafinos, como a deformação plástica intensa. Entre eles, a técnica ECAP foi comprovada ser um método eficaz para a fabricação de vários materiais de volume considerável de grãos ultrafinos sem porosidade residual. Esta investigação é motivada por duas considerações principais. Primeiramente, desde que a fabricação de materiais de grãos ultrafinos é de importância grande dos pontos de vista acadêmico e industrial, requer-se compreender o mecanismo do refinamento de grão durante ECAP para permitir melhorias adicionais em produzir materiais de grãos ultrafinos por esta técnica. A maioria das investigações descreveram as mudanças na microestrutura e em propriedades mecânicas em materiais fabricados por ECAP, mas pouca atenção foi dada ao mecanismo próprio do refinamento de grão durante ECAP. Em segundo, as investigações precedentes na fabricação de materiais de grãos ultrafinos por ECAP, como apresentado por Shin et al. (2001), dirigiram-se ao fato de que o refinamento de grão é mais pronunciado no estágio inicial do processo, até uma faixa eficaz de 2-3 μ m, e que o tamanho de grão permanece virtualmente inalterado para deformações posteriores. Entretanto, para deformações muito grandes, ~ 3 , a mudança microestrutural é dominada por um incremento da parcela de grãos de contornos de alto ângulo.

Um mecanismo de refinamento de grão no processo (ECAP) de um aço baixo carbono foi explorado por Shin et al. (2001) através de uma análise dos sistemas do deslizamento que operam em cada passagem de compressão repetitiva. O aço foi submetido de um a oito passes de compressão, em que uma única passagem rendeu uma deformação de ~ 1 , a 623 K. No estágio inicial de compressão, grãos de ferrita de ordem submicrométrica e contornos de baixo ângulo foram formados. A análise do microscópio eletrônico de transmissão revelou que estes contornos resultaram da interação entre os sistemas do deslizamento que são típicos em estruturas CCC. Compressões adicionais resultaram principalmente na rotação de subgrãos ultrafinos, permitindo a formação dos contornos de grão de alto ângulo. Considerando que os contornos em serrilhados restringem o movimento de deslocações, a rotação dos subgrãos com contornos serrilhados é mais favorável para acomodar uma deformação

adicional do que deformação intragranular e, conseqüentemente, os contornos tornam-se de alto ângulo.

3.3.10 - Simulação da laminação controlada através do ensaio de torção

Através do uso do ensaio de torção, consegue-se simular todo o processo de laminação, desde o aquecimento do lingote até o rebobinamento final. Este processo elimina a necessidade de execução de processamentos mais limitados como a dilatometria e testes de compressão. A única limitação reside na dificuldade de se conseguir amostras para ensaios mecânicos posteriores, tais como corpo de prova para ensaios de fratura.

O ensaio de torção a quente computadorizado vem sendo freqüentemente utilizado Boratto (1987), Barbosa (1989), Bowden (1990), Pussegoda (1991), Karjalainen (1995) na simulação de esquemas de laminação controlada, fornecendo informações sobre tensões de fluxo em cada passe e permitindo uma correlação entre a resistência mecânica e a evolução microestrutural da austenita (tamanho de grão) e temperaturas de transformação.

Durante a simulação o torque é lido pela célula de carga e convertido em tensão equivalente através do uso de equação apropriada, que leva também em consideração aspectos geométricos do corpo de prova, tais como comprimento e diâmetro útil. São gerados gráficos de tensão equivalente x deformação equivalente, obtida a partir do ângulo de rotação do cabeçote da máquina.

As variáveis mais importantes no processamento termomecânico são temperatura, tempo (aquecimento, resfriamento, intervalo entre passes) taxa de deformação, e deformação.

No trabalho desenvolvido por Cota (1998) em sua tese de doutorado, a simulação da laminação controlada através do ensaio de torção foi utilizada na avaliação de um aço microligado ao Ti, Nb, V, B.

Em uma simulação em torção, próxima à laminação real, a seqüência $(T, t, \dot{\epsilon}, \epsilon)$ é seguida com valores similares aos da escala industrial, utilizando-se níveis de $\dot{\epsilon}$ e ϵ convertidos em valores angulares e transformados em ângulo e velocidade de rotação da máquina de torção. O procedimento foi similar ao desenvolvido por Boratto et al. (1987) empregando um método de simulação que utiliza o conceito de deformação média equivalente por passe, ou seja, deformação total pelo número de passes. Neste caso, utilizou-se também um tempo médio de intervalo entre os passes e uma só taxa de deformação para todos os passes.

O ensaio de torção a quente computadorizado pode também ser utilizado para se projetar esquemas de laminação, que são inicialmente executados na máquina de torção (Boratto et al., 1987). Neste, os parâmetros das curvas tensão-deformação permitem calcular as tensões de fluxo média equivalentes em cada passe e a partir desta podem ser previstas as cargas de laminação, cujos resultados, quando comparados às forças ou cargas de laminação efetivamente obtidas na laminação em escala de laboratório (Santos et al., 1990) e em escala industrial (Samuel et al., 1989) se mostraram bastante satisfatórios.

Um novo método, baseado no ensaio de torção a quente seguido de resfriamento acelerado a gás He foi desenvolvido por Debray et al. (1995). Este método foi utilizado para simular o comportamento da laminação a quente de tiras e resfriamento acelerado (na faixa de 10–90°C/s) de um aço C-Mn com microestrutura constituída de ferrita, perlita e bainita. No trabalho de Debray (1995) foram utilizados corpos de prova tubulares para ensaios de tração posteriores.

3.4 - Regressão Linear Múltipla

A análise estatística através da técnica de Regressão Linear Múltipla será utilizada neste trabalho com o intuito de correlacionar as propriedades mecânicas com os constituintes microestruturais e parâmetros de processamento.

Como um dos objetivos deste trabalho é propor equações empíricas que relacionem quantitativamente as propriedades mecânicas do aço com as variáveis de processamento e com as frações volumétricas dos constituintes presentes: ferrita, bainita e constituinte MA, uma sucinta revisão da técnica de regressão linear múltipla será descrita nesta seção.

A análise por regressão linear múltipla é uma técnica estatística que permite investigar e modelar as relações entre as variáveis dependentes ou respostas, y_i , com $i=1,2,3..n$, e as variáveis independentes ou regressores x_j , com $j=1,2,3...,k$. A presente revisão somente introduzirá os conceitos básicos e as técnicas associadas com este método com base nos livros de Montgomery e Peck (1982) e Montgomery (1993).

A análise de regressão linear múltipla inicia com a seleção das variáveis e com a especificação da função, postulando-se que uma certa resposta y é adequadamente descrita por um modelo linear com k regressores x_j . Supondo que $n > k + 1$ observações são disponíveis, que y_i denota a i -ésima resposta observada ($i=1,2,...,n$) e que x_{ij} denota a i -ésima observação ou nível do regressor x_j , o modelo a ser ajustado aos dados é da forma:

$$Y_i = \beta_0 + \sum_{j=1}^k \beta_j x_{ij} + \varepsilon_i \quad (3.4)$$

onde ε_i é o erro experimental, β_0 e β_j ($j= 1,2,3...,k$) são os coeficientes de regressão.

usando a notação matricial, a equação 3.4 é rescrita como:

$$\mathbf{y} = \mathbf{X} \boldsymbol{\beta} + \boldsymbol{\varepsilon} \quad (3.5)$$

onde:

$$y = \begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \vdots \\ y_n \end{bmatrix}, \quad \mathbf{X} = \begin{bmatrix} 1 & X_{11} & X_{12} & \dots & X_{1k} \\ 1 & X_{21} & X_{22} & \dots & X_{2k} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ 1 & X_{n1} & X_{n2} & \dots & X_{nk} \end{bmatrix} \quad \beta = \begin{bmatrix} \beta_0 \\ \beta_1 \\ \vdots \\ \beta_n \\ \vdots \end{bmatrix} \quad \text{e} \quad \varepsilon = \begin{bmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \vdots \\ \varepsilon_n \\ \vdots \end{bmatrix}$$

são: o vetor ($n \times 1$) das observações, a matriz ($n \times p$) dos regressores ($p=k+1$), o vetor ($p \times 1$) dos coeficientes de regressão e o vetor ($n \times 1$) dos erros experimentais, respectivamente. Supondo que os erros são independentes e que têm variância constante (σ^2) isto é,

$$E(\varepsilon) = 0 \quad \text{e} \quad V(\varepsilon) = I\sigma^2 \quad (3.6)$$

da equação 3.5 tem-se:

$$E(y) = X\beta \quad (3.7)$$

Para se fazer a estimativa dos coeficientes de regressão ajustando o modelo aos dados, usa-se o critério de que soma dos quadrados das diferenças entre as respostas observadas e o modelo previsto seja mínima, o que resulta em:

$$\mathbf{X}^t \mathbf{X} \hat{\beta} = \mathbf{X}^t \mathbf{y} \quad (3.8)$$

Desde que $\mathbf{X}^t \mathbf{X}$ não é singular (os regressores são linearmente independentes) a estimativa dos coeficientes de regressão podem ser determinados das $p=k+1$ equações normais, uma para cada coeficiente, obtidas de:

$$\hat{\beta} = (\mathbf{X}^t \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}^t \mathbf{y} \quad (3.9)$$

O modelo ajustado e os resíduos são, respectivamente:

$$\hat{y} = \mathbf{X} \hat{\beta} \quad \text{e} \quad \varepsilon = y - \hat{y} \quad (3.10)$$

Na regressão linear, o teste de significância da regressão é um teste usado para determinar se existe uma relação linear entre a resposta y e qualquer um dos regressores x . Isto requer a suposição adicional de que os erros seguem uma distribuição normal ($NID(0, \sigma^2)$). Neste teste de significância da regressão, se há rejeição da hipótese de que $\beta_1 = \beta_2 = \dots = \beta_k = 0$, implica que no mínimo uma variável regressora no modelo contribui significativamente para o ajuste. O procedimento é usualmente sumarizado em uma tabela de análise de variância, como mostra a tabela III.1. Se F é maior que um certo valor crítico, é razoável supor que existe uma relação linear entre a resposta e qualquer um dos regressores.

Tabela III.1 - Análise da variância para a significância da regressão na regressão linear múltipla.

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado da média	F
Regressão	SS_R	k	MS_R	MS_R/MS_E
Erro	SS_E	$n-k-1$	MS_E	
Total	S_{yy}	$n-1$		

Para se determinar a adequação do ajuste dos mínimos quadrados é necessário uma análise dos resíduos do modelo de regressão. Esta análise é basicamente um método gráfico e inclui vários tipos de gráficos, sendo os mais usados:

- gráfico de probabilidade normal;
- gráfico dos resíduos versus valores ajustados;
- gráfico dos resíduos versus cada regressor;
- gráfico dos resíduos versus cada regressor não incluído no modelo.

O coeficiente de determinação múltipla, R^2 , (ou o coeficiente de correlação múltipla, R) é freqüentemente usado para analisar a adequação do modelo de regressão. Ele mede a

fração de variação de y que é explicada pelos regressores. A estatística R^2 deve ser usada com muita cautela, desde que é sempre possível fazer R^2 igual a 1 pela simples adição de muitos termos ao modelo. Além disso, R^2 sempre aumentará se for adicionado ao modelo mais um regressor, mas isto não implica necessariamente que o novo modelo é superior ao anterior.

Em muitos problemas práticos existe um número de regressores que podem ou não ser importantes para o modelo. O processo para se encontrar os regressores que são significativos ao modelo é chamado de seleção de variáveis. Dois importantes aspectos do problema da seleção de variáveis são:

- gerar subconjuntos de regressores para os modelos;
- decidir qual subconjunto de regressores é o melhor.

Este processo envolve dois objetivos conflitantes

- incluir no modelo o número máximo de regressores possíveis de modo que o teor de informações destes influenciem o valor previsto de y ;
- o modelo deve incluir o mínimo de regressores possíveis, pois quanto menor é número de regressores menor é a variância dos valores previstos. y

O processo de encontrar um modelo que seja um compromisso entre estes dois objetivos é chamado de seleção da melhor equação de regressão. Alguns critérios estatísticos para avaliar e comparar os modelos de regressão para cada subconjunto de regressores são:

- o coeficiente de determinação múltipla R^2 ou o coeficiente de correlação múltipla R ;
- o quadrado da média dos resíduos, MS_E ;
- R^2 ajustado;
- estatística F parcial.

Para se encontrar o subconjunto de regressores a serem usados na equação final de regressão, é natural considerar modelos de ajustes com várias combinações dos regressores candidatos. Algumas das principais técnicas computacionais para a seleção de variáveis são:

a) todas as possíveis regressões: este procedimento requer a análise de todas as equações de regressão envolvendo um regressor, dois regressores e assim por diante. Todas as possíveis combinações dos regressores são ajustados e as equações de regressão obtidas são avaliadas e o melhor modelo é selecionado por alguns dos critérios estatísticos mencionados anteriormente.

b) métodos de regressão por passos

- seleção para frente (forward selection): este procedimento lida com a suposição de que não existem regressores no modelo, senão o intercepto (β_0). Os regressores são introduzidos no modelo, um de cada vez, até que um modelo adequado seja obtido. O primeiro regressor selecionado para entrar no modelo é aquele que tem a maior correlação com a resposta y , isto é, o maior valor de F parcial (F deve ser maior que um determinado valor crítico F_{in}). Os demais regressores que entrarão no modelo serão selecionados pelo mesmo procedimento;

- eliminação para trás (backward elimination): este procedimento inicia com um modelo que inclui todos os regressores candidatos. Os regressores têm seus valores de F computados. Os regressores cujos valores de F sejam menores que um determinado valor crítico, F_{out} , serão eliminados um a um, começando pelo regressor de menor F ;

- seleção por passo (stepwise selection): este procedimento é uma modificação do procedimento de seleção para frente, no qual a cada passo todos os regressores que entraram no modelo previamente são conferidos pelos seus valores de F parciais. Um regressor adicionado ao modelo no passo anterior, cujo F é menor que o valor crítico, F_{out} torna-se redundante ao modelo e é retirado do modelo. Este procedimento requer

dois valores críticos de F: F_{in} (se $F > F_{in}$ o regressor é inserido no modelo) e F_{out} (se $F < F_{out}$ o regressor é eliminado do modelo).

Quando os regressores são independentes ou ortogonais, o uso e a interpretação da regressão linear múltipla é relativamente fácil. Infelizmente em muitas aplicações da análise de regressão linear os regressores não são independentes. Quando existem relações quase linearmente perfeitas entre os regressores, existe o problema chamado de colinearidade, o que pode fazer com que a análise por mínimos quadrados seja inadequada.

Algumas das técnicas para tratar os problemas causados pela colinearidade são: i)- coleta adicional de dados; ii) - reespecificação do modelo; iii) - uso de alguma técnica alternativa de estimativa que não os mínimos quadrados, como por exemplo a regressão “ridge”, uma estimativa alternativa, ainda que tendenciosa, mas que tenha uma variância menor que a estimação por regressão linear.

4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A figura 4.1 mostra um gráfico reproduzindo esquematicamente a seqüência do procedimento experimental.

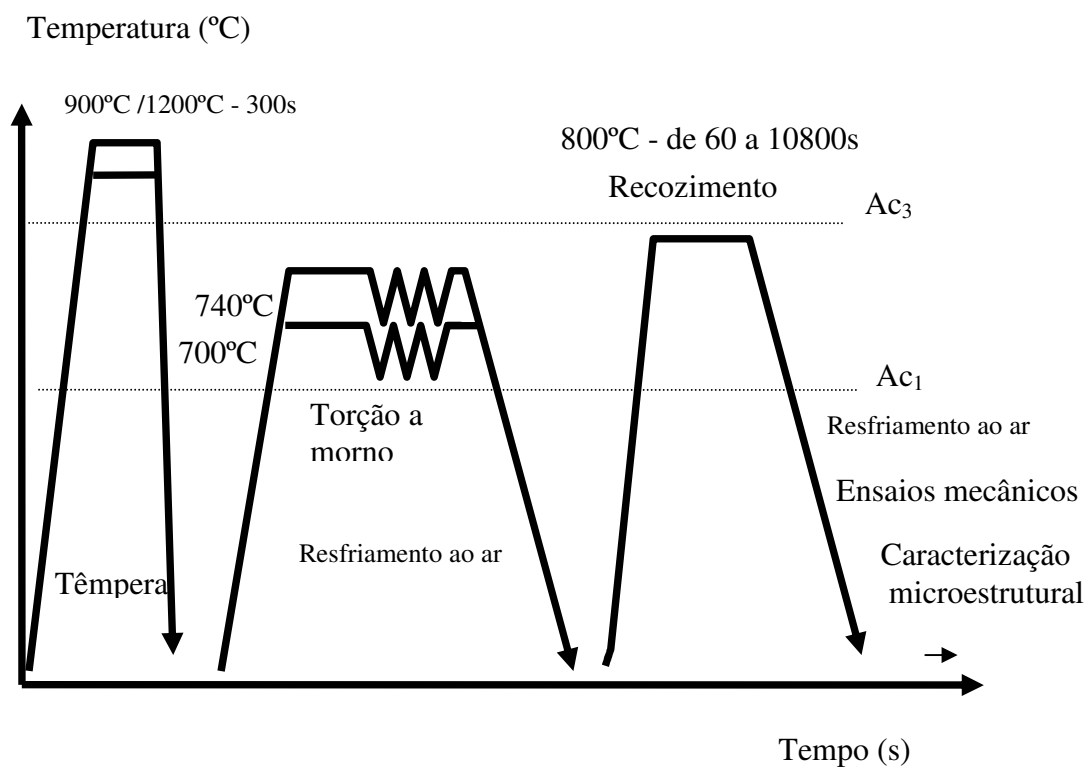


Figura 4.1 - Gráfico sequencial do procedimento experimental.

Este trabalho foi desenvolvido em dois aços da classe ARBL, um de baixo teor de carbono, denominado a partir de agora para simplificação como C-Mn e outro microligado ao nióbio e titânio, denominado por Nb-Ti. O material foi recebido proveniente da indústria siderúrgica em chapas laminadas a quente de 16mm de espessura.

4.1- ANÁLISE QUÍMICA

As composições químicas dos aços utilizados estão listadas nas Tabela IV.1.

Tabela IV.1 - Composições químicas dos aços C-Mn e Nb-Ti (% peso)

Elemento	C	Mn	Si	Al	P	S	N ₂	Nb	Ti
Teor	0,15	1,39	0,39	0,039	0,016	0,009	0,0042	-	-
Teor	0,11	1,41	0,29	0,022	0,025	0,008	-	0,028	0,012

4.2 – CORTE E USINAGEM DE AMOSTRAS PARA OS TRATAMENTOS TÉRMICOS

A usinagem dos corpos de prova para torção e para os tratamentos térmicos e foi feita a partir do corte de tiras em chapas de espessura inicial de 16,0 mm.

4.3 - TÊMPERA E MEDIÇÃO DO TAMANHO DE GRÃO AUSTENÍTICO

A austenitização foi realizada a 900°C e 1200°C em forno do tipo mufla para têmpera em salmoura e gelo; com taxa de resfriamento $\approx 300^\circ\text{C}/\text{s}$.

A caracterização metalográfica e medição do tamanho de grão austenítico foi feita através do método do intercepto linear médio, de acordo com a norma ASTM E 112-88 com aplicação de ataques químicos com ácido pícrico e detergente teepol.

As amostras preparadas foram fotografadas em microscopia ótica para observação do aspecto geral das mesmas. A seguir, foram fotografadas em microscopia eletrônica de varredura e para identificação dos constituintes presentes, realizadas análises químicas de microrregiões utilizando EDS(MEV JEOL , JSM 6360LV e EDS Noran Quest). As amostras foram submetidas a ataque aplicado com nital 2%.

4.4- USINAGEM DAS AMOSTRAS PARA A TORÇÃO EM LABORATÓRIO

Corpos de prova de comprimento útil de 16 mm e de diâmetro de 6,35 mm foram empregados neste trabalho, sendo os mesmos usinados a partir de tiras cortadas longitudinalmente em relação à direção de laminação das placas. Uma extremidade é rosqueada junto à garra da máquina de ensaios e a outra com rebaixo retangular é fixa ao cabeçote rotativo. Suas dimensões estão detalhadas no trabalho de Tese de Cota (1998).

4.5 - TESTES DE TORÇÃO A MORNO E A QUENTE EM LABORATÓRIO

Foi utilizada uma máquina universal de ensaios MTS 880-14, equipada com uma unidade de torção (fig. 4.2), unidade de aquecimento do tipo INFRATHERM-ANALÓGICA e aquisição de dados através de uma unidade computadorizada MTS Test-Star II TM, com software SX TM e controle da servo-válvula.

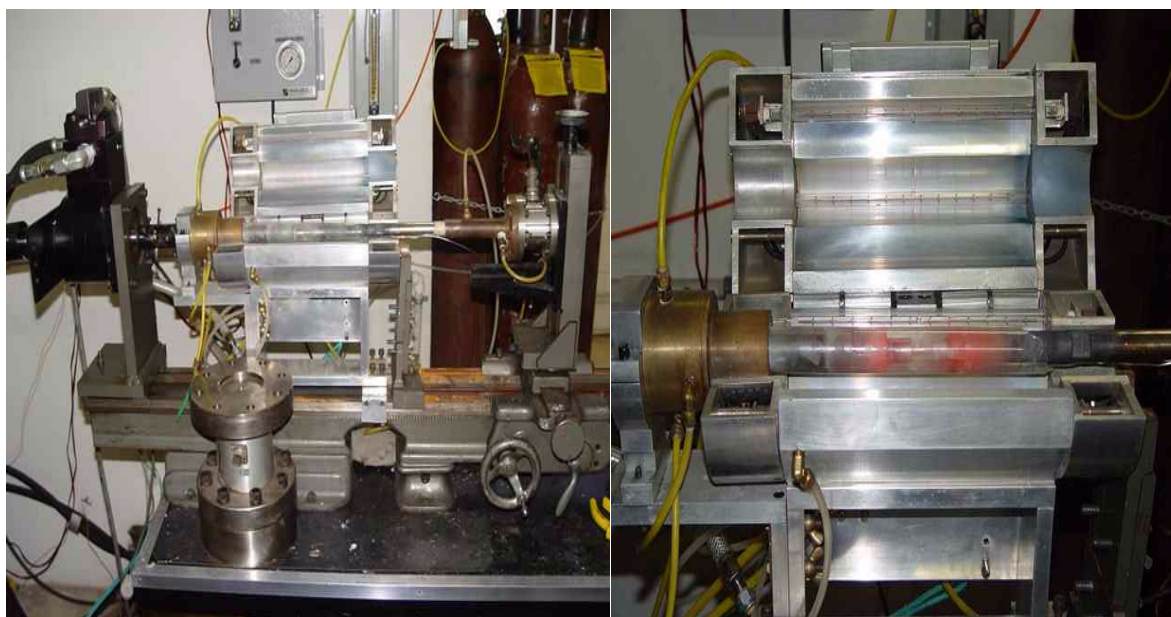


Figura 4.2. Máquina universal de ensaios-unidade de torção recém aberta

O monitoramento de temperatura e respectivas taxas de resfriamento foi efetuado por termopares inseridos nas amostras, com leituras realizadas por interface A/D ligada a microcomputador (fig.4.3). O perfil térmico assim obtido foi utilizado para as

calibrações dos ensaios de torção a morno e avaliação das transformações de fase que ocorrem durante o processamento e resfriamento.



Figura 4.3 Sistema de aquisição de dados

O objetivo da utilização da torção como esforço de deformação é o de acumular uma energia de deformação no material para possibilitar a transformação da ferrita induzida por deformação em um aço inicialmente de condição martensítica.

Após têmpera, realizou-se o aquecimento das amostras e encharque por um período de 300s nas temperaturas de 700 e 740°C para depois submetê-las à torção, envolvendo 7 passes de deformação. Os ensaios foram realizados nas seguintes condições:

$$\dot{\epsilon} \quad (\text{taxa de deformação empregada}) = 2 \text{ s}^{-1}$$

taxa de resfriamento empregada $\approx 1^\circ\text{C/s}$ (ao ar)

O intervalo entre passes foi de 1s para minimizar a recristalização estática.

As deformações foram aplicadas segundo o esquema mostrado na tabela IV.2.

Tabela IV.2 – Esquema da aplicação de passes na torção.

Deformação equivalente acumulada	Deformação em laminação (%)	Passes
0,14	11,0	1
0,28	21,0	2
0,42	30,0	3
0,56	38,0	4
0,70	45,0	5
0,84	52,0	6
1	58,0	7

4.6 – RECOZIMENTO INTERCRÍTICO

O recozimento intercrítico foi realizado a 800°C com os tempos variando de 60 a 10.800s, como mostra a tabela IV.3.

Tabela IV.3 – Relação de tempos usados para o recozimento intercrítico.

Recozimento	1	2	3	4	5	6
Tempos (s)	60	600	1800	3600	7200	10800

4.7–ANÁLISE DE IMAGENS, MEDIÇÃO DO TAMANHO DE GRÃO FERRÍTICO E QUANTIFICAÇÃO DOS CONSTITUINTES

O tamanho de grão ferrítico foi medido através de um analisador de imagens, IMAGE PRO-PLUS™, ligado a um microscópio metalográfico, marca Leitz, modelo metallux II, Os resultados foram processados em uma planilha estatística, que permite calcular a

média, o desvio padrão e o erro relativo para um nível de confiança de 95%. O método de cálculo corresponde àquele estabelecido nas normas ASTM E562-83 (ASTM, 1983). A microestrutura das amostras após recozimento, foi caracterizada por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura nos equipamentos já citados. Para esta análise usou-se o ataque com reativo nital 2%. Foi realizada análise química de microrregiões utilizando EDS.

Foram medidas, por análise de imagem, as áreas de 200 grãos, por amostra, em aproximadamente 10 regiões diferentes. Supôs-se que a área medida pode ser aproximada por um quadrado, assim, o tamanho de grão médio foi estimado como sendo a aresta do quadrado ($\sqrt{\text{Área}}$).

As análises de imagens foram obtidas a partir do software Image-Pro Plus[®], da Media Cybernetics. As imagens foram colhidas diretamente do microscópio metalográfico, com a conexão de câmera de vídeo a microcomputador, de onde são processadas e analisadas pelo programa. Para se aferir um grau de certeza nesta distribuição de fases identificadas não somente pelo uso das cores, utilizou-se um padrão verificado pela análise química por microsonda e pela morfologia apresentada. Da mesma forma, as imagens foram também colhidas do microscópio eletrônico de varredura, gravadas em disco e submetidas ao mesmo processo.

4.8 – PREPARAÇÃO DE CORPOS DE PROVA PARA ENSAIOS MECÂNICOS

As mesmas amostras embutidas em resina termofixa e utilizadas para a caracterização microestrutural foram utilizadas na avaliação da propriedade mecânica dureza.

4.9– MICRODUREZA VICKERS

As medições de microdureza Vickers (10 por amostra) foram realizadas com carga de 2,94 N (300gf). Os testes foram realizados em um microdurômetro, marca Leitz, modelo DURIMET.

4.10 – AVALIAÇÃO DA PROPRIEDADE MECÂNICA

Obteve-se o valor dos limites de resistência mecânica a partir das medições das durezas das amostras usando-se equação linear do tipo $LR(\text{MPa}) \approx 3,02\text{HV}$ (YADA, 1987).

4.11 – MET

Os exames no microscópio eletrônico de transmissão foram realizados na Universidade de Monash, Austrália, através de cooperação científica com a Prof^a. Elena Pereloma.

Os corpos de prova selecionados foram estudados usando um microscópio eletrônico de transmissão Philips CM20, equipado com um detector de espectroscopia de energia dispersiva de raios-x de janela ultra fina (delgada) Oxford Link Model MK 6. Lâminas finas foram lixadas mecanicamente até atingir espessuras da ordem de 0.15 mm. Discos de diâmetros de 3mm foram puncionados e então eletroquimicamente polidos numa solução de 5% em peso de ácido perclórico em metanol usando uma unidade de jato gêmeo (duplo) Tenupol, operando a 30 V e 0,2 A. A solução de polimento foi resfriada a $-20-30^{\circ}\text{C}$ com nitrogênio líquido. Os exames de MET foram realizados a 200 kV usando campo claro, campo escuro e modos de abertura (espaçamento) de difração de elétrons em área selecionada.

4.12 – MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA

Para identificação de fases pelo aspecto da topografia e geração de imagens tridimensionais das superfícies das amostras, foi utilizado um microscópio de força atômica Shimadzu, Modelo CCD-S2.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Escolha das temperaturas de têmpera

A martensita é determinante no que diz respeito às dimensões finais dos grãos de ferrita, como afirmado anteriormente (Ameyama, 1988; Takaki, 1991, Rodrigues, 2001, Hayashi, 1999, Tsuji, 2002 e Ueji, 2002).

As temperaturas de têmpera (900 e 1200°C) foram selecionadas levando-se em consideração dados da literatura sobre a solubilização de alguns dos principais precipitados (Cota, 1998), como apresentado na tabela V.1. Mesmo a essa temperatura de encharque mais alta espera-se baixa solubilidade para os precipitados de Ti (nitreto) ($T_{\text{solub TiN}}=1444^{\circ}\text{C}$), ainda que o Nb possa estar em solução sólida.

TAB. V.1 Temperaturas de solubilização de alguns dos principais precipitados

Precipitado	Temperatura de solubilização(°C)
Nb(C,N)	1133
TiC	1016
TiN	1444

A figura 5.1 mostra a microestrutura resultante a partir do encharque a 900°C por 300s e têmpera para ambos os aços.

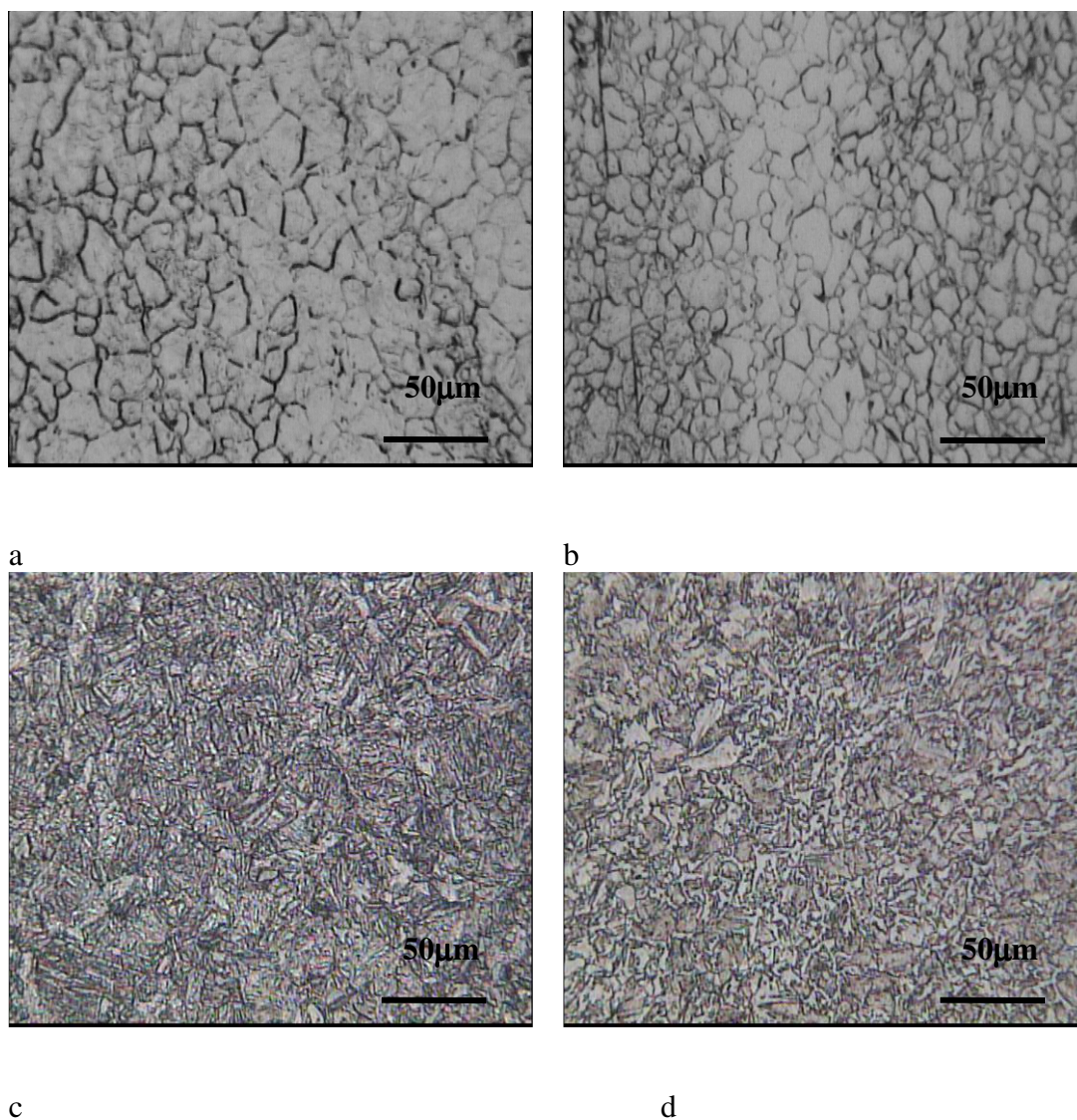


Figura 5.1. Fotomicrografias ópticas dos aços C-Mn (a,c) e Nb-Ti (b,d): a,b- Grão austenítico prévio após austenitização a 900°C por 300s; c,d -Martensita.

Os grãos austeníticos prévios são equiaxiais com tamanho médio de $11,7 \pm 0,8 \mu\text{m}$ no aço C-Mn (fig. 5.1a). Este tamanho é semelhante àquele obtido na laminação industrial a quente. O tamanho médio dos grãos austeníticos prévios foi de $7,8 \pm 0,3 \mu\text{m}$ para ao aço Nb-Ti (Fig 5.1b), consideravelmente mais finos em função do efeito do Nb e Ti .

Após austenitização e têmpera, a microestrutura consiste principalmente de ripas de martensita (fig.5. 1 c,d), correspondentemente a dureza eleva-se 187HV na condição como recebido para 360HV para o aço C-Mn.

O objetivo da têmpera foi homogeneizar o material e deixá-lo em um estado metaestável, para aumentar a taxa de nucleação da ferrita, seja durante a torção ou no recozimento. A amostra, composta de martensita, cementita e ferrita é então deformada segundo o ciclo apresentado anteriormente na figura (4.1).

O mecanismo de decomposição da martensita e da cinética da reação de precipitação dos carbonetos ocorre na seguinte seqüência: a martensita se decompõe descontinuamente à medida em que ocorre a reação de precipitação, começando preferencialmente nos contornos de grão prévios da austenita e ocasionalmente nos limites das ripas de martensita.

A cinética do tipo descontínua da reação de precipitação é controlada inicialmente pela difusão do carbono, passando a ser controlada pela difusão dos elementos formadores de carbonetos do tipo (Nb,Ti) C, avançando com o tempo de revenimento, 300s, que não é suficiente para dissolver todos os carbonetos transientes, pois segundo Shtansky et al.(2000), seria necessário um revenimento em 735°C por 1h.

5.2 Deformação no Campo Bifásico

Como afirmado por Luo (2004), na deformação no campo intercrítico, a microestrutura a ser deformada consiste em uma mistura de ferrita, austenita e Fe_3C . A estrutura inicial difere então daquela da laminação austenítica, pois contém agora interfaces austenita-ferrita e não apenas contornos de grão de austenita. Estes contornos de grão de austenita-ferrita podem desempenhar um papel diferente na nucleação e recristalização do que os contornos de grão austeníticos, já que gradientes de tensão ocorrem nestas interfaces. Uma microestrutura bifásica de grãos macios de ferrita e de grãos mais duros de austenita conduzirá a variações plásticas locais de tensão, dependendo da

conectividade das redes de ferrita e de austenita. Desta forma, a distribuição inicial de tensão na fração austenítica imediatamente depois da deformação apresenta intrinsecamente uma heterogeneidade maior do que no caso de se deformar uma estrutura inteiramente austenítica. Estes estudos de Luo demonstraram que o expoente n de Avrami para a cinética de recristalização intercristica da austenita não é constante, mas uma função da temperatura e da fração de fase. Para avaliar a cinética de recristalização, geralmente os estudos se baseiam na equação de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK).

$$X_t = 1 - \exp(-Kt^n) \quad 4.1$$

onde X_t é a fração recristalizada no tempo t , K é a constante cinética e n é o expoente de Avrami.

Uma seqüência de testes iniciais foi desenvolvida para verificar a utilização e variação de alguns parâmetros de processo. Para efeito de comparação, um lote de amostras foi deformado a 820°C, utilizando os parâmetros descritos na tabela IV.2, mas com um intervalo entre passes de 30s. A deformação ocorreu no campo austenítico e a microestrutura final se constituiu de grãos ferríticos de dimensões grosseiras se comparadas àquelas deformadas no campo bifásico. Isto pode ser observado na figura 5.2 apenas para uma comparação visual.

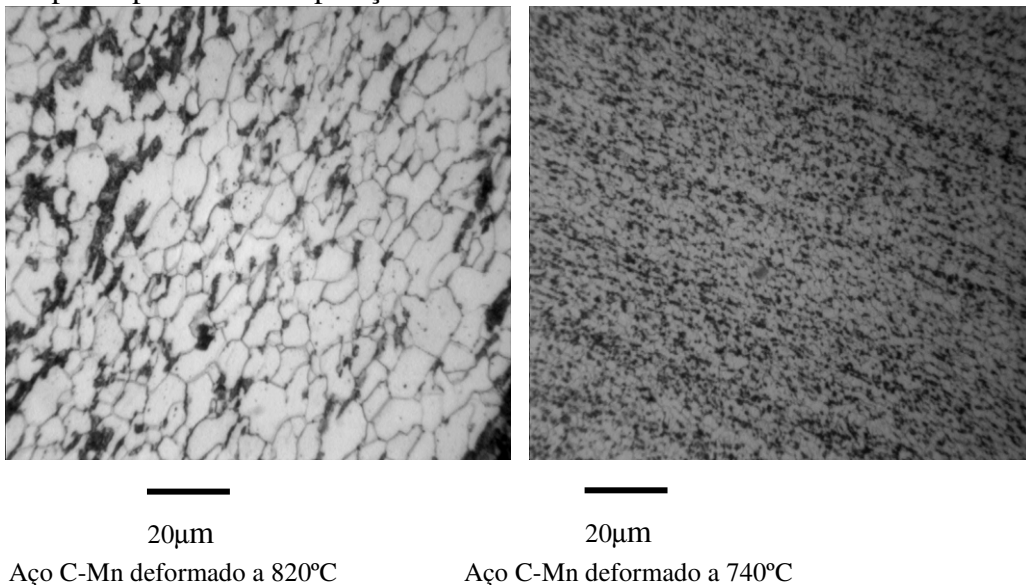


Figura 5.2 - Comparação visual entre o refinamento obtido na deformação em temperaturas mais altas no campo austenítico e no intercristico.

Alguns testes iniciais foram conduzidos até a ruptura dos corpos de prova, para que se pudesse estabelecer uma tendência de comportamento de fluxo plástico em situações de solicitações mais extremas, envolvendo assim um número maior de passes de deformação.

A configuração microestrutural final pouco foi influenciada pelo número de passes, ainda que o percentual de deformação imposto às amostras fosse maior, o maior fator determinante foi a taxa de deformação, em consonância com outros resultados da literatura (Karjalainen(1995), Yang (2000)). A fração volumétrica de ferrita e a recristalização são dependentes da redução, como afirmado por Yang et al. (2000). A formação de ferrita também ocorre induzida por deformação, sendo que o volume formado de ferrita é pouco influenciado pelo processo de resfriamento, mas este age como fator controlador da taxa de crescimento de grãos (Cota, 1998).

A figura 5.3 comprova esta afirmação, ao apresentar fotomicrografias de amostras sujeitas a condições similares, entretanto com taxas de deformação diferentes.

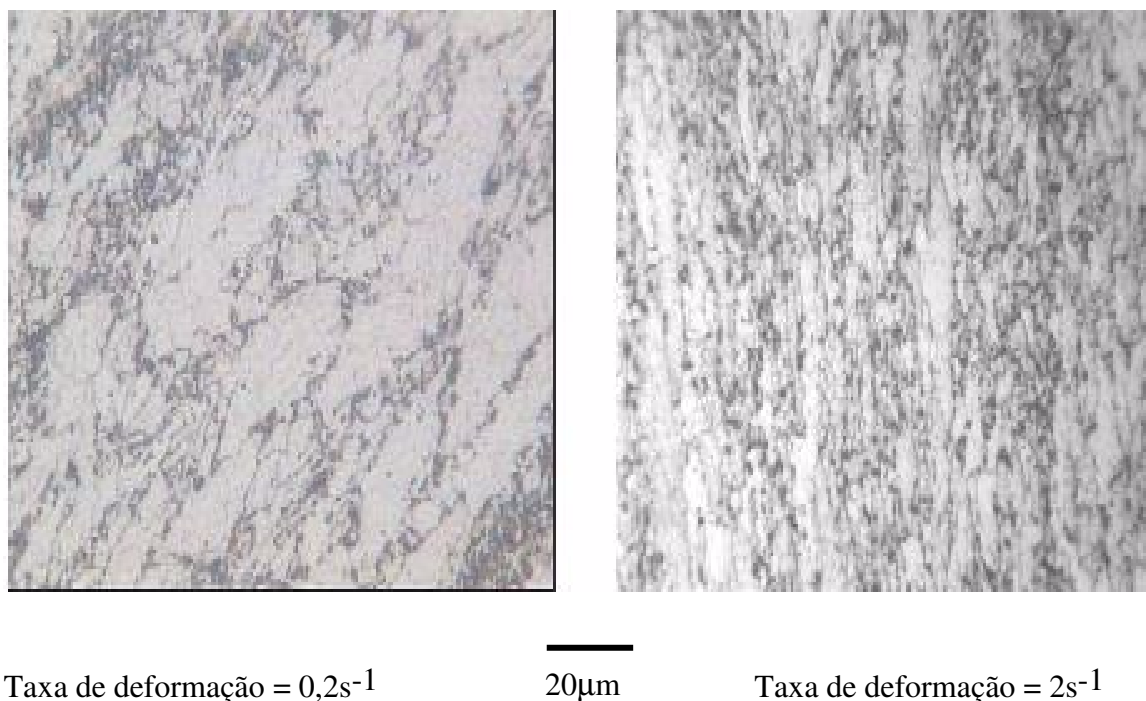


Figura 5.3 Comparação entre o refinamento microestrutural obtido a partir de taxas de deformação diferentes.

As fotomicrografias foram obtidas por microscopia óptica, com aumento de 1000x, após ataque com nital 2%. Como não foram recozidas, um encruamento está presente nestas amostras de aço C-Mn. Nota-se nitidamente o refinamento obtido ao se empregar uma maior taxa de deformação, pois uma quantidade maior de sítios para nucleação da ferrita é ativada para a taxa de deformação de $2s^{-1}$.

De acordo com Bengochea et al. (1998), o acúmulo de deformação na austenita não recristalizada afeta a transformação $\gamma \rightarrow \alpha$ pelo aumento de possíveis sítios para nucleação de grãos ferríticos. No caso da austenita não deformada, a ferrita nucleia no ponto tríplice, contornos e superfícies, nesta ordem de preferência. Na austenita deformada, existem sítios adicionais para esta nucleação no interior dos grãos, como as bandas de deformação e arranjos de deslocações, que aumentam a área efetiva para nucleação. A figura 5.4 ilustra este comportamento.

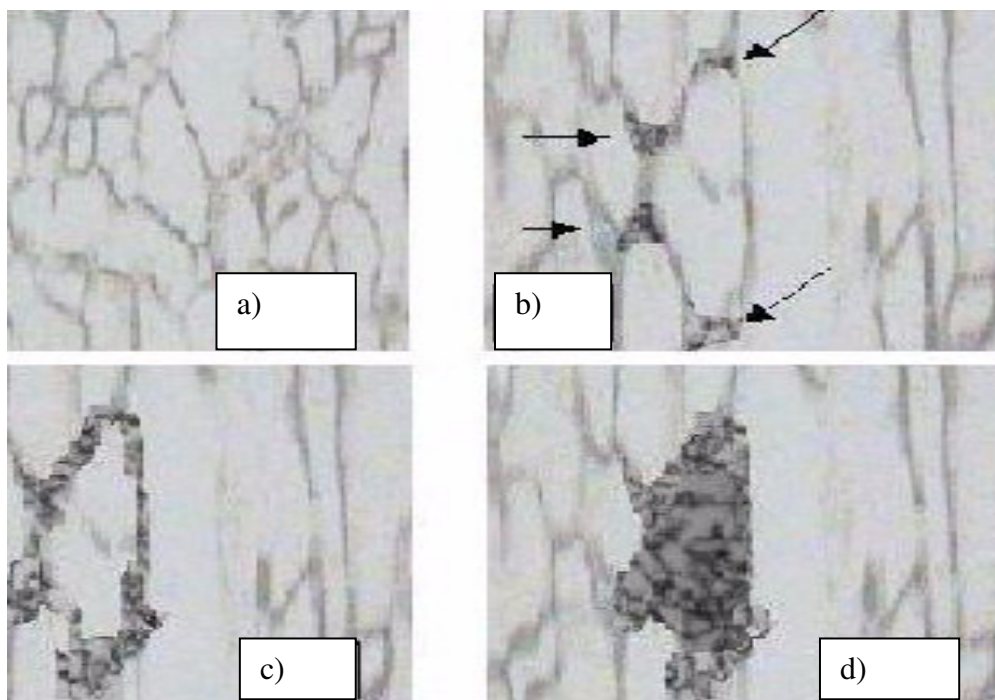


Figura 5.4 Sequência representativa de nucleação da ferrita

4(a)- não deformada , 4(b)-nucleação nos pontos tríplices, 4(c)- nucleação nos contornos da matriz deformada, 4(d)- nucleação nos interior dos grãos deformados.

O intervalo entre passes utilizado neste trabalho foi de 1s para minimizar a recristalização estática, pois quanto maior o tempo de intervalo entre passes (Liu 1994, Karjalainen 1995), melhores são as condições cinéticas para a recristalização da ferrita e conseqüentemente vir a favorecer o crescimento destes grãos.

Nos estudos de Huang et al.(2000), com uma deformação total de apenas 50%, uma estrutura revenida é considerada benéfica em promover a recristalização dinâmica da ferrita e leva a uma ferrita de granulação ultrafina. A ocorrência de recristalização dinâmica da ferrita deve-se às elevadas deformação e taxa de deformação (maior ou igual a 1 s^{-1}).

Neste trabalho, a taxa de deformação empregada é o dobro da citada acima, logo tal taxa permite pouco tempo para uma eventual recuperação.

Uma esquematização de Hong et al.(2003), fig.5.5, demonstra a formação de ferrita induzida por deformação, da mesma maneira que supõe-se estar acontecendo neste trabalho.

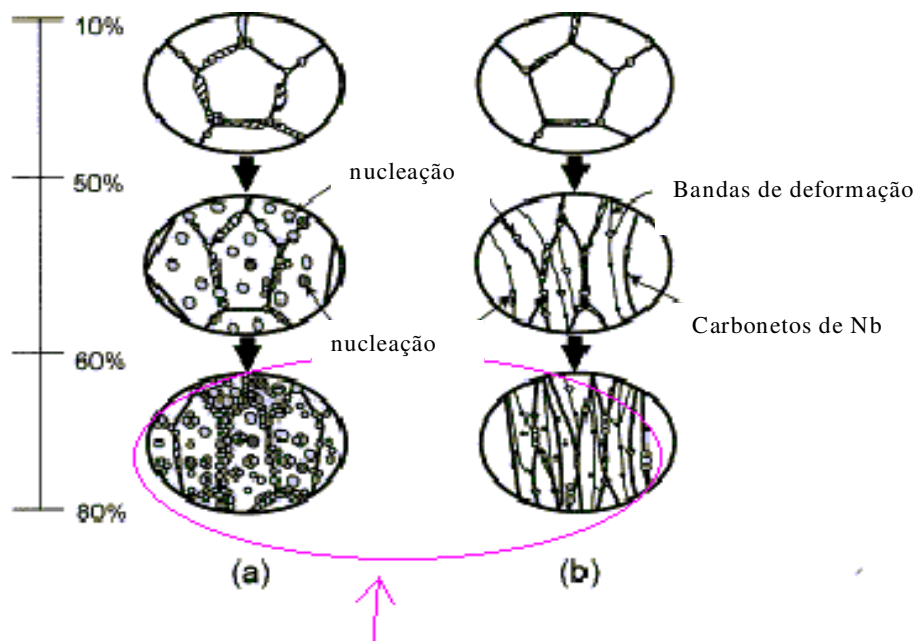


Figura 5.5 Formação de ferrita induzida por deformação.

A energia armazenada não é recuperada, mas gradualmente acumulada durante a deformação em vários passes. Pode-se afirmar assim que cada deformação subsequente é efetuada no topo da deformação acumulada no processo previamente desenvolvido. Isto significa que a ferrita passa por deformação e encruamento sem uma recristalização significativa entre passes. Nas temperaturas de deformação empregadas (700-740 C) o processo ocorre no campo bifásico. Levando-se em conta que a transformação em ferrita deva estar completa após o último passe, pode-se considerar que o processo de restauração dominante é da liberação progressiva da energia armazenada através da recristalização dinâmica.

Existe uma interação entre deformação da austenita, que não deve estar sujeita a recristalização, transformação induzida por deformação em ferrita, e recristalização dinâmica de ferrita. Isto significa que a ferrita equiaxial inicial está sujeita à recristalização dinâmica durante o processo de deformação multipasses, o que conduz a um posterior refinamento e mudanças em sua morfologia.

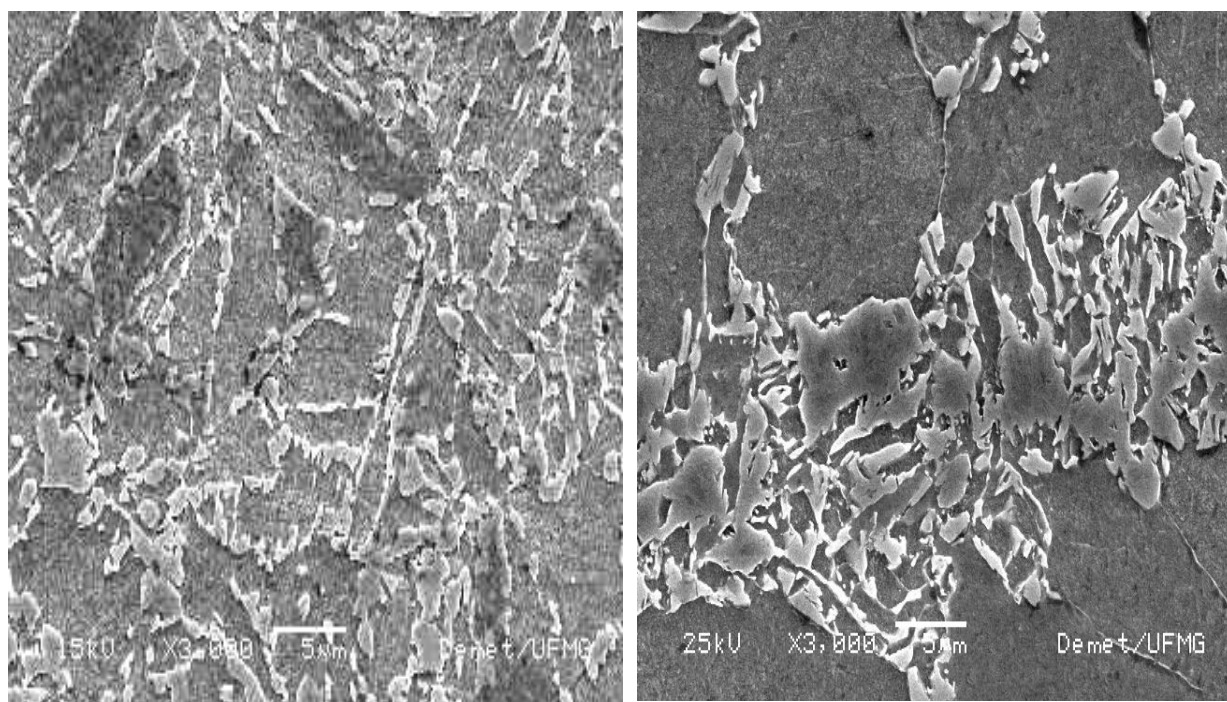
Percebe-se que o fator determinante dos processos de recristalização nesses campos provém da transformação em ferrita induzida por deformação a partir de um valor crítico, como apontado por Choo et al. (2001) para diminuir a energia livre do sistema.

5.3 Temperaturas de Transformação

Ainda que as temperaturas teóricas calculadas para as transformações de fase A_{C1} e A_{C3} sejam respectivamente 716-800°C para o aço Nb-Ti e 719-849°C para o aço C-Mn, as deformações foram comprovadamente executadas no campo bifásico. As temperaturas teóricas calculadas a partir da expressão de Andrews (1965) não levam em consideração os efeitos da deformação, apenas da composição química.

De acordo com vários autores (Hou et al. (2000), Hong et al. (2003), Choo et al. (2001)) que trabalharam com aços de composições químicas semelhantes às deste trabalho, as temperaturas de deformação aqui empregadas são intercríticas.

Diante dessa inconsistência com relação a predições teóricas, a presença de austenita foi confirmada experimentalmente através do congelamento de amostras a partir das temperaturas de 700 e 740°C após um passe de deformação. Para este resfriamento foi utilizado o aparato desenvolvido por Cota (1998) durante o desenvolvimento de sua tese. A presença de martensita na caracterização microestrutural destas amostras tornou evidente a existência de austenita, mesmo à temperatura de 700°C, como visto na figura 5.6.



a) Nb-Ti

b) C-Mn

Figura 5.6 MEV- Congelamento após um passe de deformação a 700°C.

5.4 - Curvas de fluxo

Uma evidência dos processos envolvendo recristalização é o fenômeno do amaciamento apresentado nas curvas de fluxo do tipo tensão-deformação, tipicamente provocado por

recristalização dinâmica de ferrita em ambos os aços, além da transformação da austenita em ferrita induzida por deformação.

O endurecimento por encruamento e o amaciamento dinâmico se comportam de maneiras contrárias, onde se estabelece um processo de balanço entre forças. A geração de deslocamentos e suas interseções durante a deformação plástica leva a um endurecimento, enquanto que a recuperação e a recristalização atenuam estes efeitos, pela aniquilação e rearranjo de deslocamentos por escorregamento cruzado e escalada com ajuda da tensão aplicada e da ativação térmica, como afirmado por Semiatin et al. (1985).

5.4.1 Análise das Curvas Tensão Versus Deformação

No trabalho a quente de ligas metálicas, o aumento da densidade de deslocamentos é continuamente reduzido por processos de amaciamento tais como a recuperação e a recristalização dinâmicas. Se a recuperação dinâmica for o único mecanismo de restauração, a tensão aumenta progressivamente até um estado estacionário, que é determinado pelo balanço do encruamento e efeitos de restauração. A recuperação dinâmica progride mais lentamente em materiais com baixa ou moderada energia de falha de empilhamento, assim, a densidade de deslocamentos atinge um valor suficientemente alto para que a recristalização dinâmica seja iniciada, fazendo com que a curva possua uma forma característica. A reação é iniciada depois de alcançar uma deformação crítica, ϵ_c , depois da qual a taxa de encruamento diminui marcadamente e, eventualmente, o amaciamento faz com que a curva tensão versus deformação exiba um pico de tensão. Com a continuação da deformação a taxa de amaciamento atinge um máximo, com a queda da tensão até o início de um regime de estado estacionário, como resultado da resistência reduzida dos novos grãos.

5.4.2 Interrelação entre Encruamento, Recuperação e Recristalização

A interrelação entre os três mecanismos que atuam durante a deformação a quente pode ser observado na figura 5.7, obtida do trabalho de Schindler et al.(2000), na qual a

quantidade de encruamento e amaciamento atribuído a cada um dos processos está esquematizado. A linha tracejada no lado esquerdo do diagrama indica um encruamento e ausência de qualquer mecanismo de amaciamento dinâmico. Os processos dinâmicos reduzem a tensão a partir do encruamento até os valores apresentados pela linha cheia. Em metais com alta energia de falha de empilhamento a operação de mecanismos de recuperação dinâmica reduz a tensão até o nível representado pela linha pontilhada, que é a curva tensão versus deformação apresentada pelos materiais que somente apresentam recuperação dinâmica. Em metais com energia de falha de empilhamento moderada ou baixa, a recristalização dinâmica produz um amaciamento adicional durante a deformação, abaixando a tensão ao nível da linha cheia, que é a curva tensão versus deformação final apresentada pelos materiais que recristalizam dinamicamente, também representada na figura 5.7.

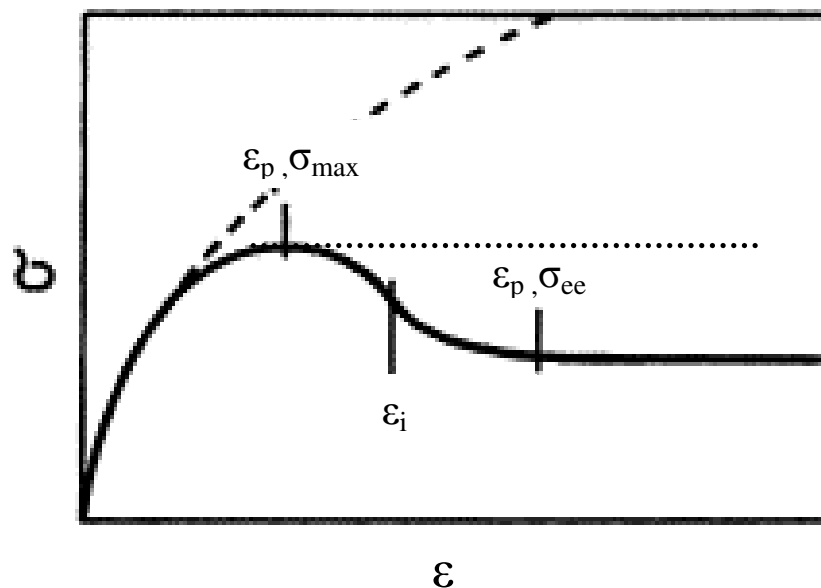


Figura 5.7 Curva tensão –deformação indicando recristalização, onde ϵ_p = deformação de pico , σ_{max} = tensão máxima, ϵ_i =ponto de inflexão, σ_{ee} =tensão de estado estacionário.

5.4.3 Amaciamento no Intervalo Entre Passes

Usualmente, os processos de conformação mecânica a quente são realizados em seqüências de passes, de forma que, juntamente com os processos de endurecimento e

amaciamento que ocorrem durante a deformação tem-se o amaciamento após a deformação, no intervalo entre passes. A extensão do amaciamento entre passes depende do material, da temperatura e das condições e estágio em que a deformação foi interrompida. Neste trabalho, utilizou-se um tempo entre passes curto (1s), justamente para minimizar este fenômeno.

Para deformações menores que a deformação crítica para a recristalização estática, o único processo possível de restauração é a recuperação estática. Com deformações maiores, mas abaixo da deformação de pico, tem-se recuperação estática seguida de recristalização estática. Para deformações maiores que a do pico, porém menores que a deformação de início de estado estacionário, existe um período em que ocorrem a recuperação estática e a recristalização metadinâmica, seguida por recristalização estática. No estado estacionário, a recristalização estática é evitada inteiramente, ocorrendo apenas a recuperação estática e a recristalização metadinâmica, como afirmado por Schindler et al.(2000).

5.4.4 Comportamento das curvas de fluxo-Têmpera a partir de 900°C

5.4.4.1 Deformação a 700°C

A figura 5.8 mostra as curvas de fluxo tensão deformação obtidas para o aço C-Mn (a) e de Nb-Ti (b). As amostras foram deformadas em passes múltiplos usando torção até a uma deformação nominal total em torno de 1. Os passes de deformação equivalente a 0,15 foram aplicados com intervalos de 1s. A forma das curvas individuais de tensão-deformação indicam uma tendência de amaciamento entre passes variando de acordo com as condições empregadas, já que a tensão de descarregamento em um dado passe está quase no mesmo nível que a tensão de reinício da deformação seguinte. Assim, como esperado, a tensão acumula de deformação a deformação, como refletida pela forma das curvas-envoltórias traçadas para ambos os aços como uma referência.

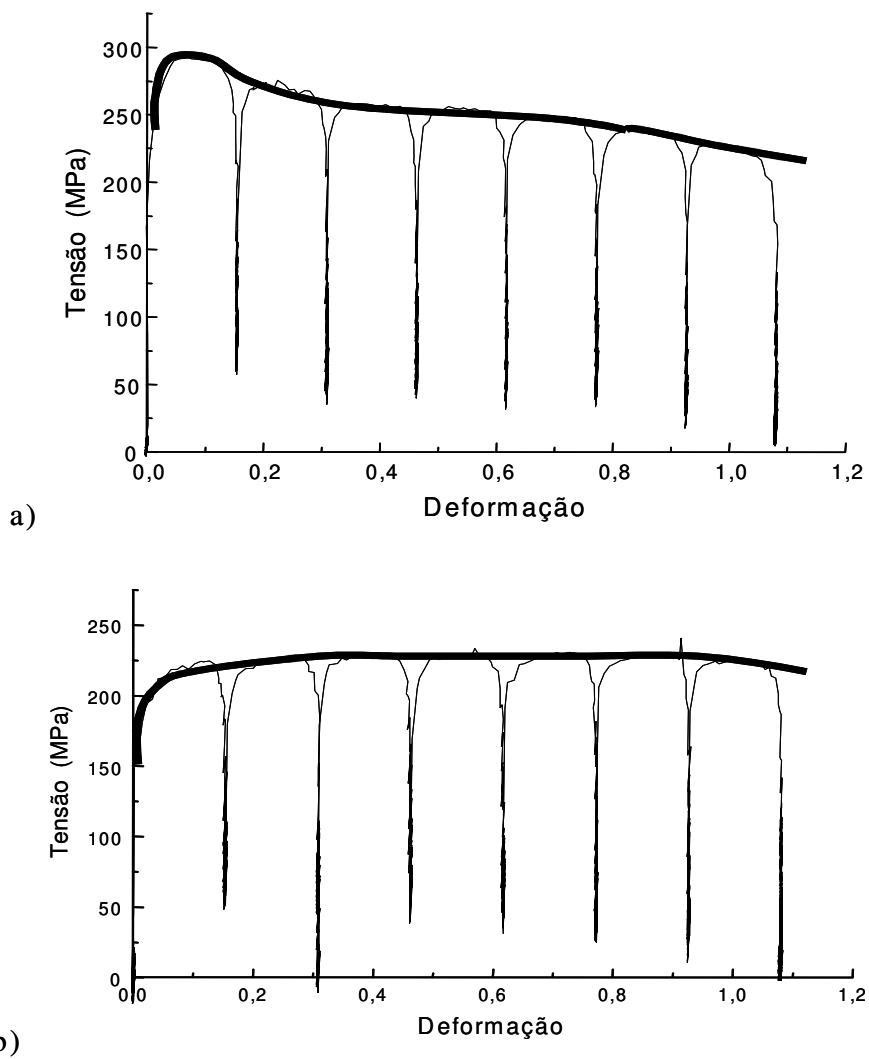


Figura 5.8 - Comparação entre o comportamento das curvas de fluxo para a deformação para os dois materiais deformados a 700°C, após têmpera a partir de 900°C a) aço C-Mn e b) aço Nb-Ti.

A tensão atinge um máximo para o primeiro passe de deformação do aço C-Mn, com deformação de cerca de 0,1 e de 0,4 para o Nb-Ti, no quarto passe. O nível máximo de tensão das curva envelope é mais elevado para aço C-Mn, a saber em torno de 300MPa, enquanto que para o Nb-Ti não superou os 240MPa.

Deve-se levar em conta também como fator preponderante sobre o perfil das curvas tensão deformação a resistência apresentada pelo corpo de prova ao esforço torsional e o nível de defeitos presentes na microestrutura: a presença tanto de células de deslocações quanto microbandas, com maior presença da segunda para a deformação aplicada a 700°C. Uma das justificativas para tal comportamento foi dada em um estudo de Adachi (2000), que demonstrou um processo denominado ausforming modificado para a obtenção de grãos ultrafinos da ordem de 1 μ m. O tamanho destas células, assim como o espaçamento destas microbandas, é inferior a 1 μ m, independentemente da taxa de deformação e da redução empregada.

Isto indica que o efeito dos elementos microligantes nos precipitados finos e dispersos é de pouca efetividade durante o início da torção, ou então esses precipitados se formam apenas induzidos por deformação nos passes finais, após ser atingido um certo valor crítico de deformação às amostras. Outro fator que afeta o valor de tensão seria as frações relativas do volume de austenita, da ferrita e de cementita na temperatura de encharque, precedente à deformação. Neste trabalho, uma microestrutura inteiramente martensítica foi aquecida até as temperaturas de teste, conduzindo a uma dada fração de austenita, de ferrita e de cementita, além da possibilidade de um certo percentual de martensita não transformada.

Para a deformação a 700°C, a forma da curva envoltória às curvas de fluxo dos passes individuais para as amostras de aço C-Mn parece sinalizar para a ocorrência de um amaciamento dinâmico após ultrapassagem de uma certa deformação crítica, que por sua vez pode provocar uma recristalização dinâmica da ferrita.

Ocorreu um amaciamento mais pronunciado no aço C-Mn, ainda que o percentual de austenita também seja menor nesse caso, calculado em 40% no trabalho de Choo et al.(2001) para condições similares. Isto ocorre em função do excesso de encruamento, que por sua vez provoca uma recristalização dinâmica da ferrita também no interior dos grãos austeníticos remanescentes. O comportamento durante o encruamento depende dos diferentes arranjos de deslocamentos no material deformado ou mesmo das interseções ocorridas durante a deformação, como apontado por Morrison (1966).

As amostras do aço microligado não apresentaram uma tendência tão evidente de amaciamento, provavelmente pela diferença de resistência mecânica em função da presença dos precipitados. A presença de partículas finas de precipitados estabiliza a subestrutura e atrasa a recristalização.

5.4.4.2 Deformação a 740°C

A figura 5.9 mostra as curvas de fluxo tensão deformação obtidas para o aço C-Mn (a) e de Nb-Ti (b). Aqui, a tensão atinge um máximo para uma deformação de 0,5 para o aço C-Mn e 0,6 para o Nb-Ti. Então, para ambas composições químicas, há uma queda contínua no nível de tensão para a curva-envoltória que indica um ligeiro amaciamento na deformação de aproximadamente 0,5- 0,6 embora nenhum estado estacionário seja de fato conseguido.

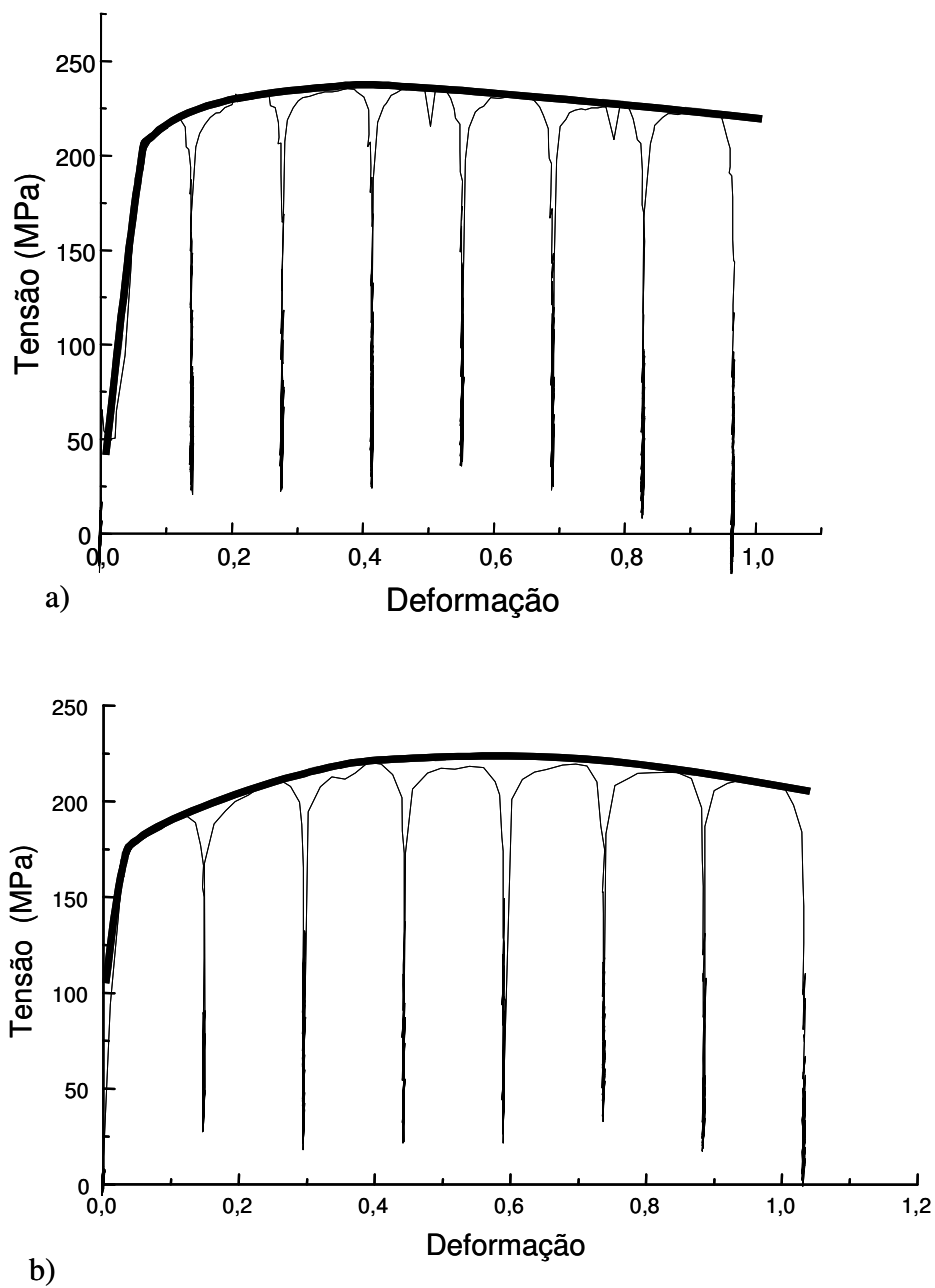


Figura 5.9- Comparação entre o comportamento das curvas de fluxo para a deformação para os dois materiais deformados a 740°C, após têmpera a partir de 900°C a) aço C-Mn e b) aço Nb-Ti.

Diferentemente da situação de deformação a 700°C, para os dois aços ocorre um máximo na deformação equivalente próxima a 0,5 para a temperatura de deformação de 740°C.

Inicialmente, ao deformar a austenita e a ferrita a recuperação dinâmica seria o mecanismo de amaciamento principal. O nível máximo de tensão das curvas envoltórias é similar para ambos os aços, a saber em torno de 220MPa, mas inferior àquele apresentado pelas amostras deformadas a 700°C. O efeito dos elementos microligantes nos precipitados finos e dispersos foi de pouca relevância. Daqui, o único fator principal que afeta o valor de tensão seria a fração relativa do volume de austenita, da ferrita e de cementita na temperatura de 740°C, precedente à deformação. Os constituintes são martensita não revenida, uma fração ligeiramente superior de austenita (se comparada àquelas deformadas a 700°C), ferrita e de cementita, cujas frações volumétricas são semelhantes para ambos os aços.

5.4.5 Têmpera a partir de 1200°C

5.4.5.1. Deformação a 700°C

A figura 5.10 mostra as curvas de fluxo tensão deformação obtidas para o aço C-Mn (a) e de Nb-Ti (b). As curvas envoltórias apresentaram para a deformação a 700°C valores iniciais de pico de tensão elevados, independentemente de composição química. Como apontado por Cota (1998) a tensão equivalente média aumenta com o decréscimo da temperatura, justificando os picos de tensão mais elevados para as amostras deformadas a 700°C, assim como ocorreu para aquelas temperadas a partir de 900°C. Apesar de o percentual de ferrita ser menor e pudessem ser esperados picos menos intensos de tensão, especialmente no primeiro passe de deformação este comportamento se observou também para o conjunto de corpos de prova temperados a partir da maior temperatura de austenitização (1200°C).

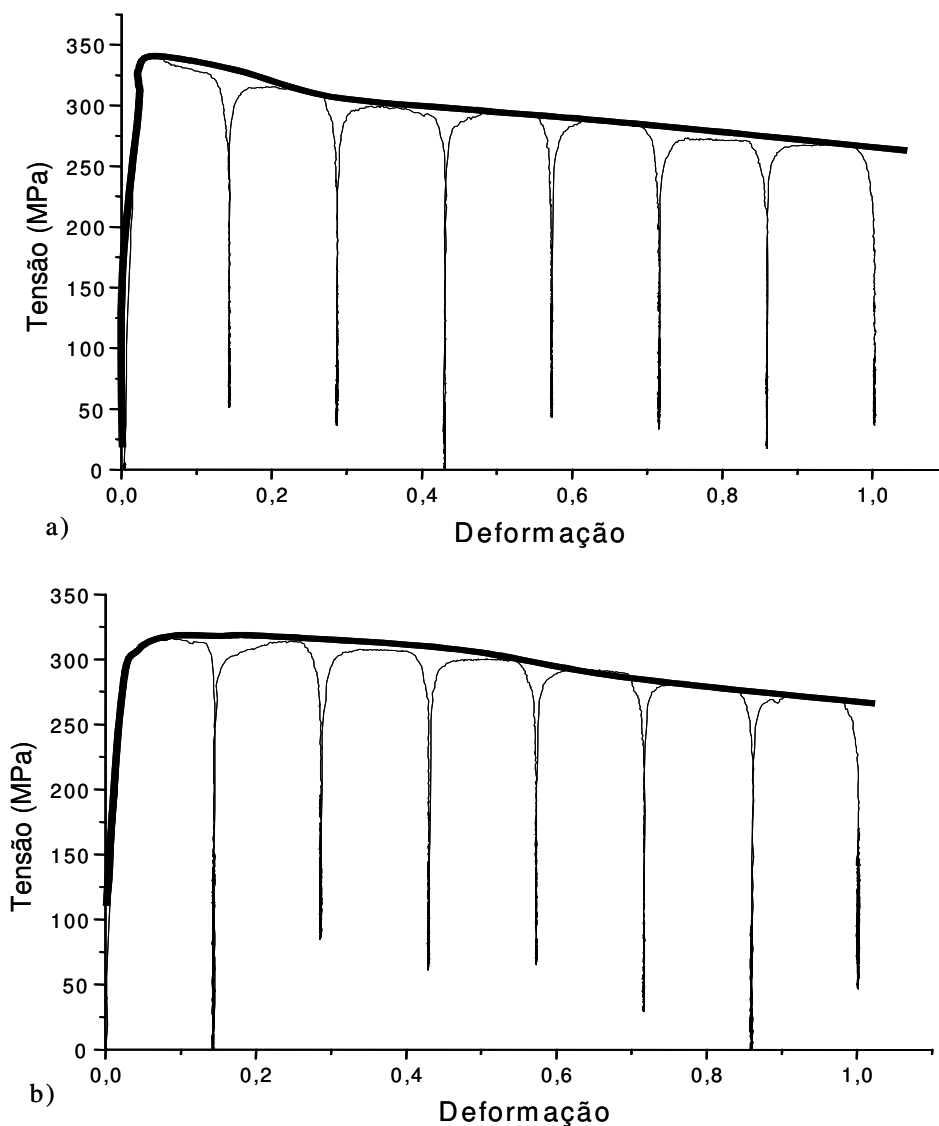


Figura 5.10- Comparação entre o comportamento das curvas de fluxo para os dois materiais deformados a 700°C, após têmpera a partir de 1200°C a) aço C-Mn, b) aço Nb-Ti.

O comportamento foi similar para as duas composições químicas, com a tensão atingindo um máximo para o primeiro passe de deformação para os dois aços, com deformação de cerca de 0,1. O nível máximo de tensão das curva envoltória é mais elevado para aço C-Mn, atingindo em torno de 350MPa, enquanto que para o Nb-Ti, cerca de 310MPa. Durante o encharque na maior temperatura de austenitização ocorreu a solubilização dos precipitados. Contudo, a condição energeticamente mais favorável da deformação à temperatura mais baixa, com maior presença de defeitos, pode ter provocado nova formação de precipitados. Essa presença de precipitados no aço

microligado, desta vez induzida por deformação, pode ser responsável pela semelhança de comportamento com o aço C-Mn.

5.4.5.2 Deformação a 740°C

A figura 5.11 mostra as curvas de fluxo tensão deformação obtidas para o aço C-Mn (a) e de Nb-Ti (b). As curvas envoltórias apresentaram para a deformação a 740°C comportamento e valores iniciais de pico de tensão pouco diferenciados para as duas composições químicas.

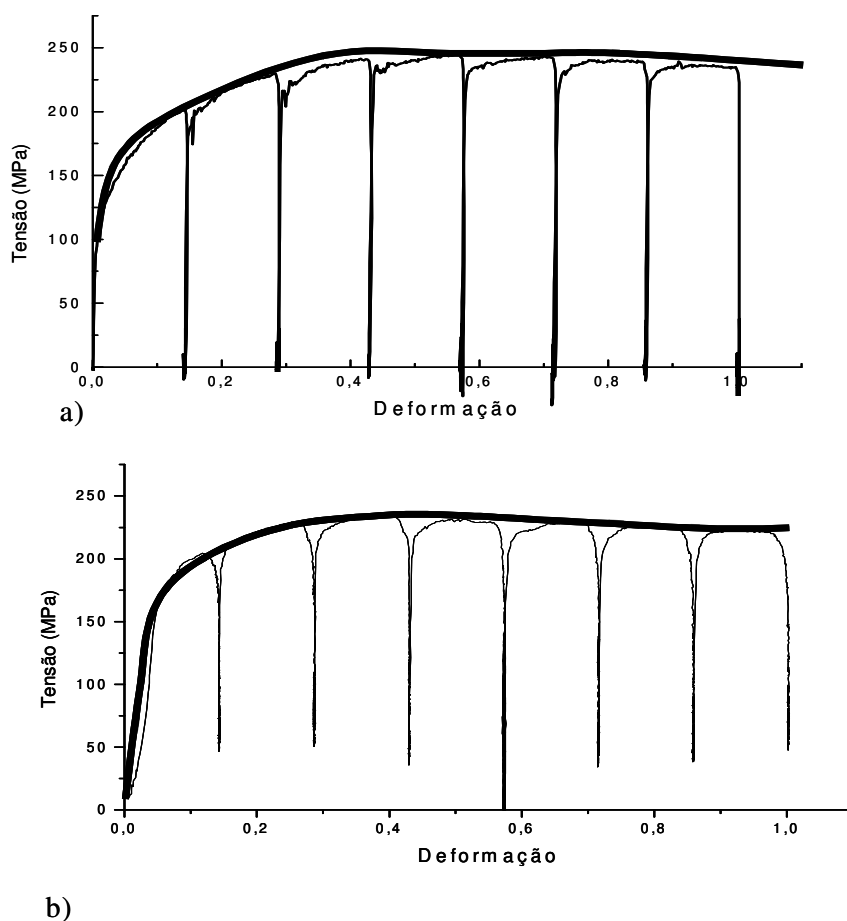


Figura 5.11 Comparação entre o comportamento das curvas de fluxo para a deformação para os dois materiais deformados à temperatura de 740°C após têmpera a partir de 1200°C a) aço C-Mn, b) aço Nb-Ti.

5.5 Desenvolvimento da microestrutura durante a torção

A figura 5.12 mostra fotomicrografias obtidas no MEV dos espécimes após a deformação, já revelando a obtenção de uma microestrutura ultrafina. As microestruturas formadas são ligeiramente mais finas no aço C-Mn que no aço Nb-Ti, com um tamanho de grão ferrítico médio de 2,2 e $2,9 \pm 0,1 \mu\text{m}$, respectivamente. Ao mesmo tempo a fração volumétrica de MA foi mais elevada no aço C-Mn em comparação com as amostras de aço Nb-Ti deformadas nas mesmas temperaturas.

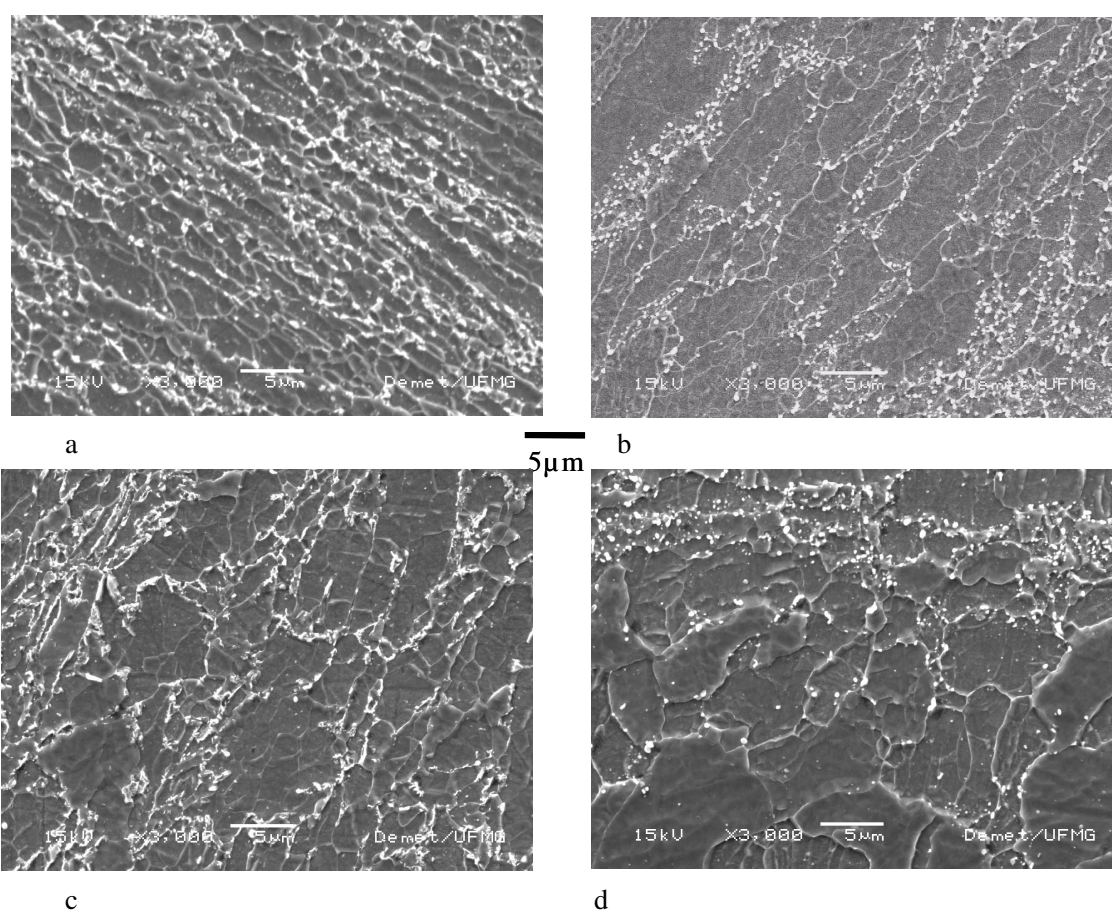


Figura 5.12. a) C-Mn, b) Nb-Ti. Amostras temperadas a partir de 900°C e deformadas a 700°C ; c) C-Mn, d) Nb-Ti. Amostras temperadas a partir de 900°C deformadas a 740°C.

Durante a torção, a microestrutura consiste em ferrita, austenita e martensita revenida. Os carbonetos intergranulares, formados em consequência da decomposição da martensita, são claramente visíveis nas amostras após a deformação (Fig. 5.12).

Em consequência da deformação acumulada, a tensão induz a formação da ferrita em lugar da austenita. A microestrutura de resfriamento é heterogênea, consistindo em alguns poucos grãos alongados relativamente grosseiros e grãos equiaxiais finos de ferrita. Os grãos alongados da ferrita são subdivididos também em subgrãos em consequência da deformação. A densidade elevada de contornos de grão de alto ângulo delimitou os blocos e os pacotes de martensita, que por sua vez produziram um efeito forte de confinamento durante a deformação plástica. O confinamento fornece a deformação não homogênea (subdivisão) de grão, resultando por sua vez em uma microestrutura altamente desorientada e ultrafina. Esta deve ser uma das razões porque a microestrutura inicialmente martensítica é eficiente em produzir a ferrita ultrafina. Relatou-se também em outras publicações (Ueji et al. 2001, Takaki et al. (2001) e Tsuji et al. 2002) que as dimensões das ripas de martensita determinam o tamanho dos grãos finais da ferrita.

Os grãos de austenita recém-formados durante o encharque por 300s submeteram-se à deformação posterior durante a torção, o que resultou no aumento dos sítios disponíveis de nucleação da ferrita. A deformação da austenita conduziu não somente ao aumento da área dos contornos de grão da austenita, devido à forma alongada destes, mas também à formação de serrilhados e das bordas nestes contornos, que servem como sítios adicionais para nucleação. Além disso, a formação de bandas de cisalhamento, de microbandas e de outros defeitos no interior dos grãos de austenita conduziram também ao aumento na área eficaz de nucleação para a ferrita.

O aumento no número total de sítios disponíveis de nucleação conduz a um refinamento efetivo. Entretanto, um processo competitivo de crescimento dos grãos de ferrita ocorre em temperaturas elevadas. Como foi indicado por Davenport et al.(2002), o aumento na

energia armazenada devido à introdução da estrutura de defeitos provocada pela torção, é uma das forças motrizes para a recristalização dos grãos de ferrita. Durante o estágio de crescimento, os grãos menores da ferrita são consumidos pelos maiores, que conduzem ao ligeiro “engrossamento” da microestrutura final. O tamanho de grão final da ferrita depende não somente das taxas de nucleação e de crescimento, mas sendo o processo controlado por difusão, é afetado também pelo tempo de residência na temperatura do teste de torção. Uma maneira de limitar o crescimento da ferrita durante a transformação está em reduzir o período para a transformação ocorrer ou se reduzir rapidamente a temperatura durante a transformação, como foi sugerido previamente por Hurley (2002) e por Kelly et al. (2000).

Aço C-Mn

O estudo por MET mostrou que a microestrutura do aço C-Mn depois da torção a morno consiste em uma mistura de grãos poligonais alongados de ferrita com deslocamentos no interior destes e grãos poligonais quase equiaxiais que contêm um número muito baixo de deslocamentos (Fig. 5.13a e 5.13b). Em alguns grãos, as deslocamentos deram forma à estrutura celular pelo rearranjo no emaranhado de deslocamentos em paredes de células e quase completamente livre das pilhas dos emaranhados de deslocamentos (Fig. 5.13 b). Este é um resultado da deformação dos grãos de ferrita já existentes na microestrutura durante a torção. O último grupo de grãos de ferrita equiaxiais é um produto da transformação induzida por deformação e da recristalização dinâmica como apontado em outros estudos, (Beladi, 2004). Além de ferrita, uma quantidade significativa de carbonetos, Fe_3C , situados predominantemente nos contornos de grão e nas junções triplas foi observada

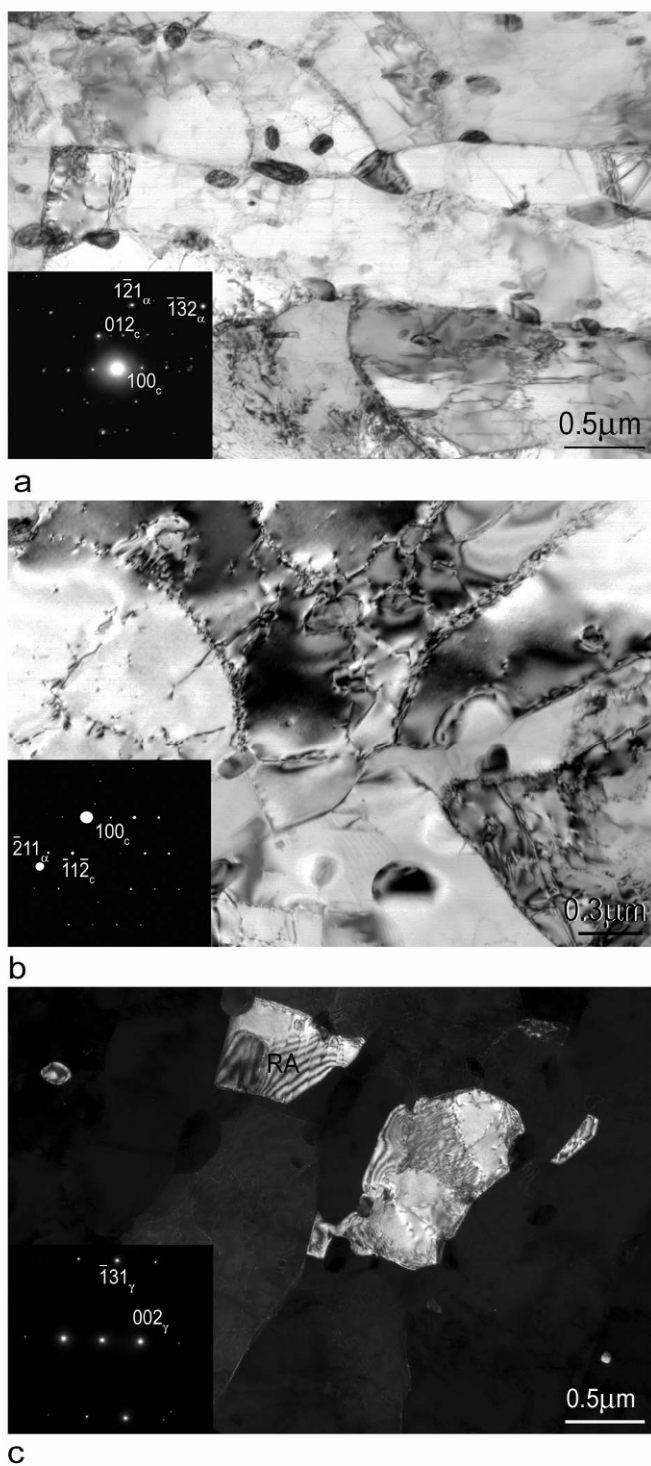


Figura 5.13 Imagens de campo claro (a,b) e de campo escuro (c) com SAED correspondente do aço C-Mn após deformação a 740°C: a: eixo de orientação $[135]_{\alpha} / [20]_{\text{C}}$; b: eixo de orientação $[110]_{\alpha} / [20]_{\text{C}}$; γ , c: eixo de zona $\gamma [310]$, onde α denota ferrita, γ denota austenita e o C é carboneto.

Alguns destes carbonetos foram encontrados também dentro dos grãos de ferrita. Situados nos contornos de grão, os carbonetos podem ter ancorado-os, retardando o movimento dos contornos de grão e conduzindo assim a um tamanho de grão mais fino de ferrita. A forma dos carbonetos variou de globular a alongado a cuboidal. A análise química por espectroscopia de energia dispersiva de raios x dos carbonetos mostrou a substituição do Fe por manganês (Fig.5.14).

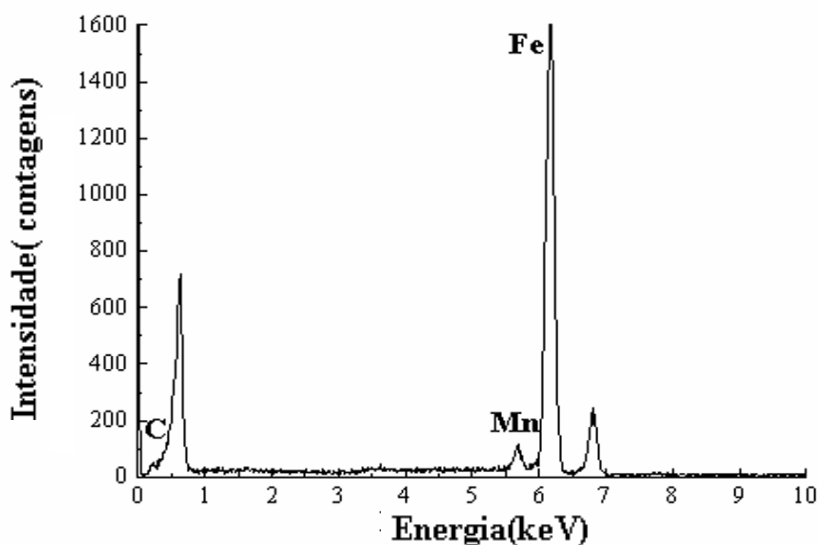


Figura 5.14. Espectroscopia dispersiva de raios x. Carboneto no aço C-Mn temperado a partir de 900°C e torcido a 740°C.

O espaçamento médio das microbandas foi de $0,7 \pm 0,2 \mu\text{m}$, enquanto que o espaçamento médio de células de deslocações foi de $0,4 \pm 0,1 \mu\text{m}$. Este resultado está em acordo com as dimensões de microbandas determinados para aços carbono laminados a morno (Timokhina, 2004). Ilhas de austenita retida estavam também presentes na microestrutura (Fig. 5.13c).

Aço Nb-Ti

As características microestruturais do aço NbTi após a torção a quente (antes do recozimento) são mostradas na Fig. 5.15. A fase dominante é ferrita com maioria de

grãos que têm forma equiaxial tanto com curvatura quanto em linha reta e os contornos de grão afinados (Figs. 5.15, b e 5.15, c). Enquanto que alguns destes grãos contém deslocações e subgrãos, alguns outros aparecem com o interior relativamente livre de deslocações. Estes são os grãos de ferrita formados como resultado da transformação induzida por deformação, com visto no trabalho de Hong (2000). Isto indica que um processo da recuperação se associou com a migração das deslocações em paredes de grãos/subgrãos, assim como ocorreu também sua aniquilação. Alguns grãos têm contornos afinados enquanto que outros contém arranjos de deslocações de interface/contorno de grão.(Figs. 5.15, b e 5.15 c).

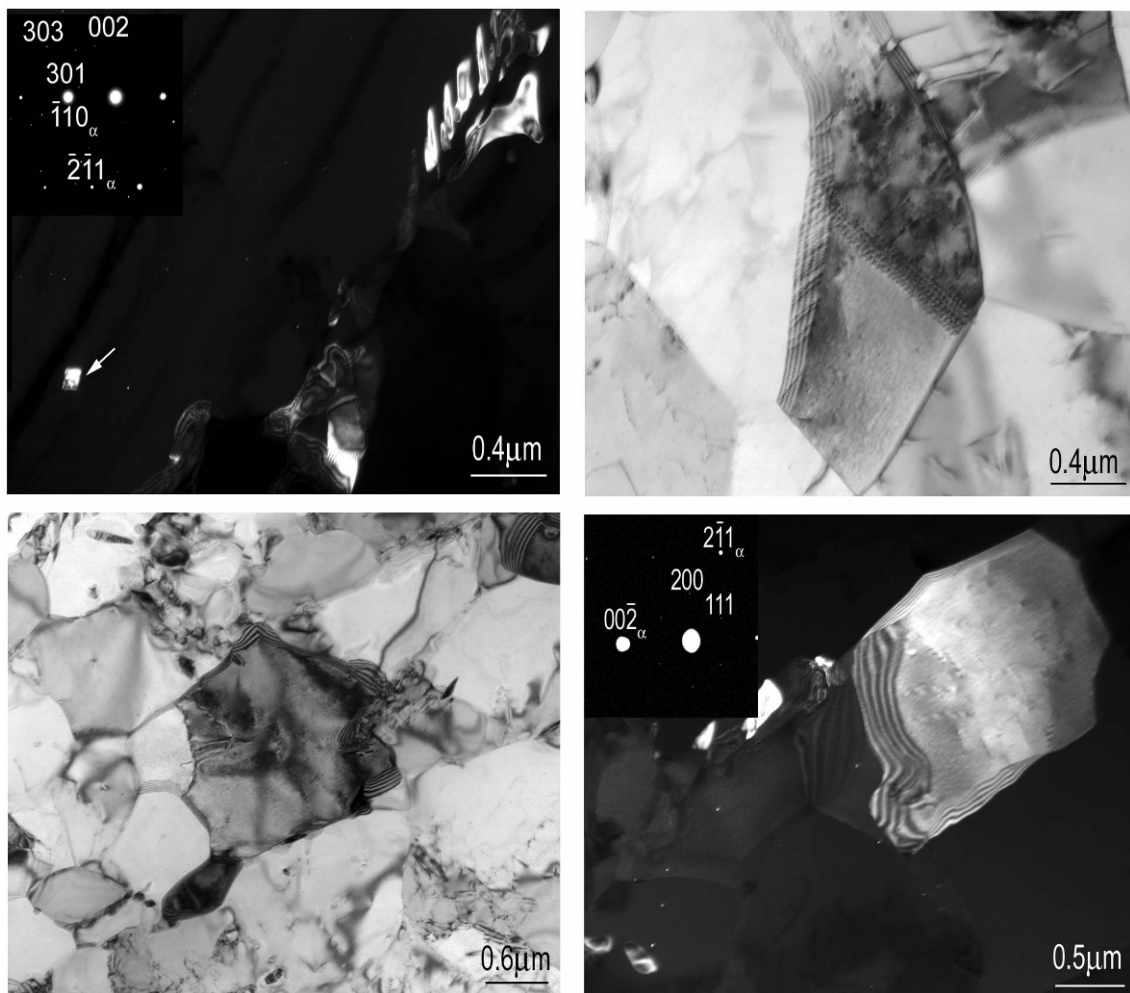


Figura 5.15 Fotomicrografias de transmissão amostra de aço NbTi após a torção a morno a 740°C: a,d - imagens de campo escuro correspondentes de SAED; b,c - imagens de campo brilhante . O eixo de orientação é $[113]_{\alpha} // [060]_{\text{Nb}_4\text{N}_5}$ em a e $[120]_{\alpha} // [02\bar{2}]_{\text{NbC}}$ em d. α denota ferrita.

A presença dos precipitados é também uma das características marcantes nesta circunstância. Uma variedade de partículas foi observada: (i) relativamente grosseiras de forma cuboidal e acicular (Fig. 5.15, a e 5.15, c); (ii) partículas esféricas ou alongadas nos contornos de grão ou de subgrão (Fig. 5.15, c) e (iii) precipitados finos no interior dos grãos da ferrita (Fig. 5.15, d).

Os carbonetos induzidos por deformação podem contribuir para um encruamento da ferrita, enquanto que aqueles situados em contornos de grão restringem a mobilidade do contorno de grão por ancoramento, o que resulta em uma estrutura mais fina do grão da ferrita (Fig. 5.14, c). Os padrões de difração de elétrons feitos a partir das partículas cuboidal e alongadas indicaram que são nitretos ricos em Ti ($(\text{Ti,Nb})_4\text{N}_5$) com reticulado tetragonal ($a=0.6873\text{nm}$, $c = 0.4298 \text{ nm}$). A análise de EDS de tais partículas (Fig. 5.16) mostrou que além de Nb e de Ti contêm também algum Fe. Estes nitretos são aqueles talvez não dissolvidos durante austenitização ou foram precipitados durante austenitização em 900°C por 300s. Partículas finas observadas dentro dos grãos da ferrita (Fig. 5.14, d) parecem ser precipitados induzidos por deformação do tipo NbC com reticulado cúbico e parâmetro de rede $a=0.4469 \text{ nm}$, que se formaram durante a deformação a morno ou durante o resfriamento após a deformação a morno.

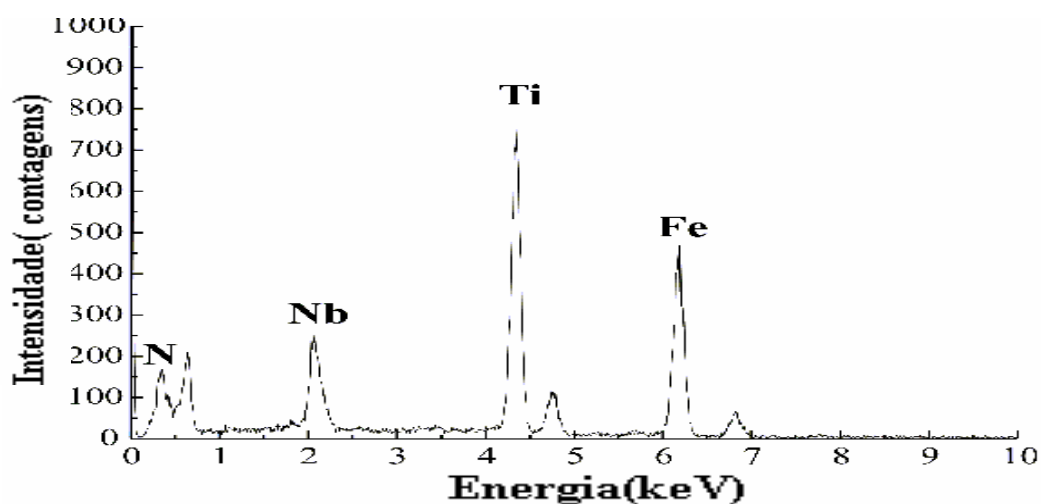


Figura 5.16 EDS Espectro da partícula cúbica indicada com uma seta na figura 5.15a.

5.6. O efeito do tempo de recozimento intercrítico na microestrutura final

5.6.1-Análise por MET para t mpera a partir de 900 C e deformação a 740 C

5.6.1.1- Aço C-Mn

A figura 5.17. mostra a evolução microestrutural durante recozimento a 800 C por 600, 3600 e 10800s.

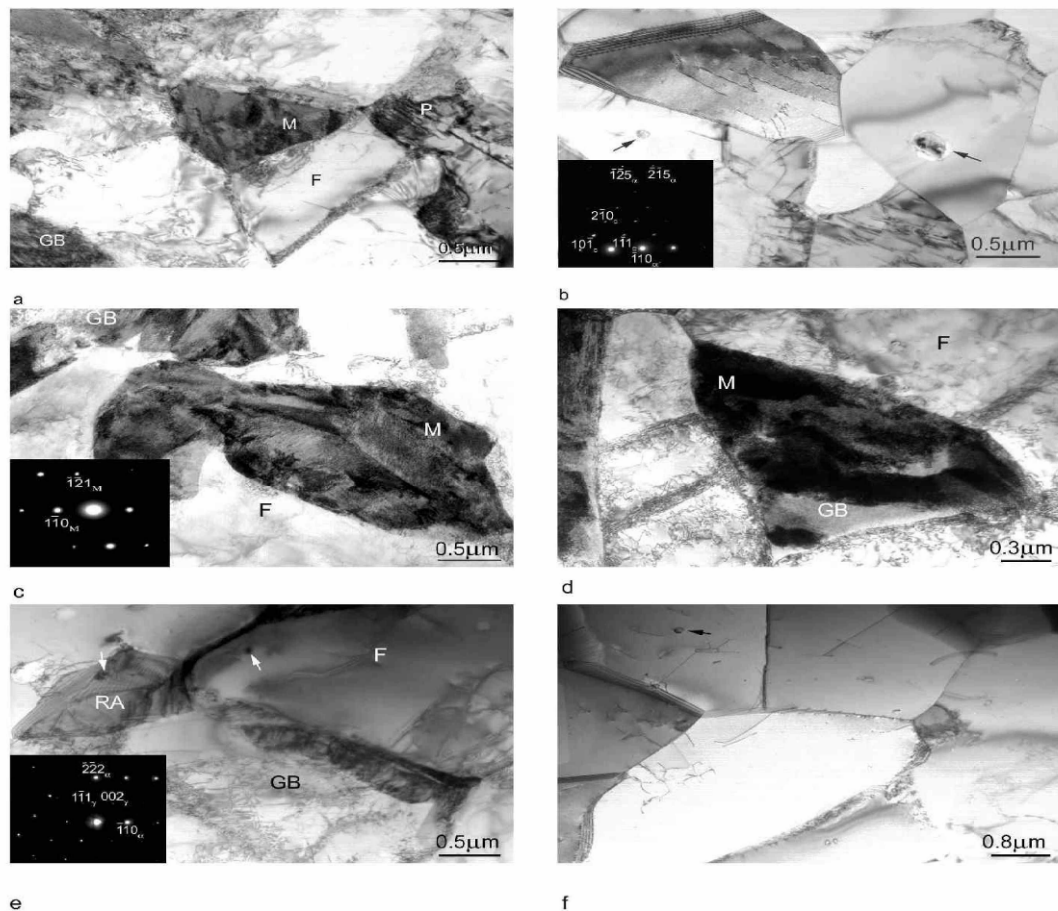


Figura 5.17 Fotomicrografias de MET do aço C-Mn ap s recozimento a 800 C por 600s (a,b), 3600s (c,d) e 10800s (e,f). O eixo central de orienta o de SAED em b   $[553]_{\alpha}$ // $[121]_c$; o eixo de zona central da martensita   $[113]_M$ em c e o eixo de zona   $[112]_{\alpha}$ // $[110]_{\gamma}$ em e, onde γ   austenita retida, M   martensita, C   carboneto, GB   bainita granular e α   ferrita.

Com tempo de recozimento mais longo os grãos recristalizados da ferrita tornaram-se mais grosseiros, enquanto que fração volumétrica de outros constituintes (martensita, austenita retida e bainita granular) aumentou também. Em algumas regiões pequenas a presença de perlita fina foi notada também (Fig. 5.17 a). A presença dos carbonetos foi somente evidente no interior da ferrita e da austenita retida, enquanto que os contornos de grão estavam livres de precipitados.

A quantidade de carbonetos diminuiu significativamente em comparação com o estado deformado, o que indica sua dissolução. Os carbonetos acabaram tornando-se também mais finos com aumento no tempo de recozimento, o que justifica também sua dissolução

Os carbonetos induzidos por deformação podem ter contribuído para o encruamento da ferrita, ainda que sua densidade seja baixa, enquanto que aqueles localizados nos contornos de grão restringiram a mobilidade dos contornos por ancoramento, o que resulta numa estrutura ferrítica mais fina (Fig. 5.17c). As medições dos grãos equiaxiais de ferrita para o menor tempo de recozimento apresentaram valores de $0,6 \pm 0,2 \mu\text{m}$, que são consideravelmente menores que a média dos demais grãos.

5.6.1.2 Aço Nb-Ti

A microestrutura das amostras recozidas por 600 e 10800s são apresentadas na Fig. 5.18. Está claro que com aumento no tempo de recozimento o tamanho de grão da ferrita aumenta (Fig 5.18, b e 5.18, e). A maioria de grãos de ferrita contém baixa densidade de deslocações. Além de ferrita, regiões de martensita e de bainita granular estão presentes na microestrutura (Fig. 5.18e e 5.18f). Nas amostras após um tempo de recozimento intercrítico mais longo mais martensita foi formada, que indica que durante o tempo de permanência a 800°C mais ferrita se transforma em austenita e então em bainita granular e/ou martensita no resfriamento.

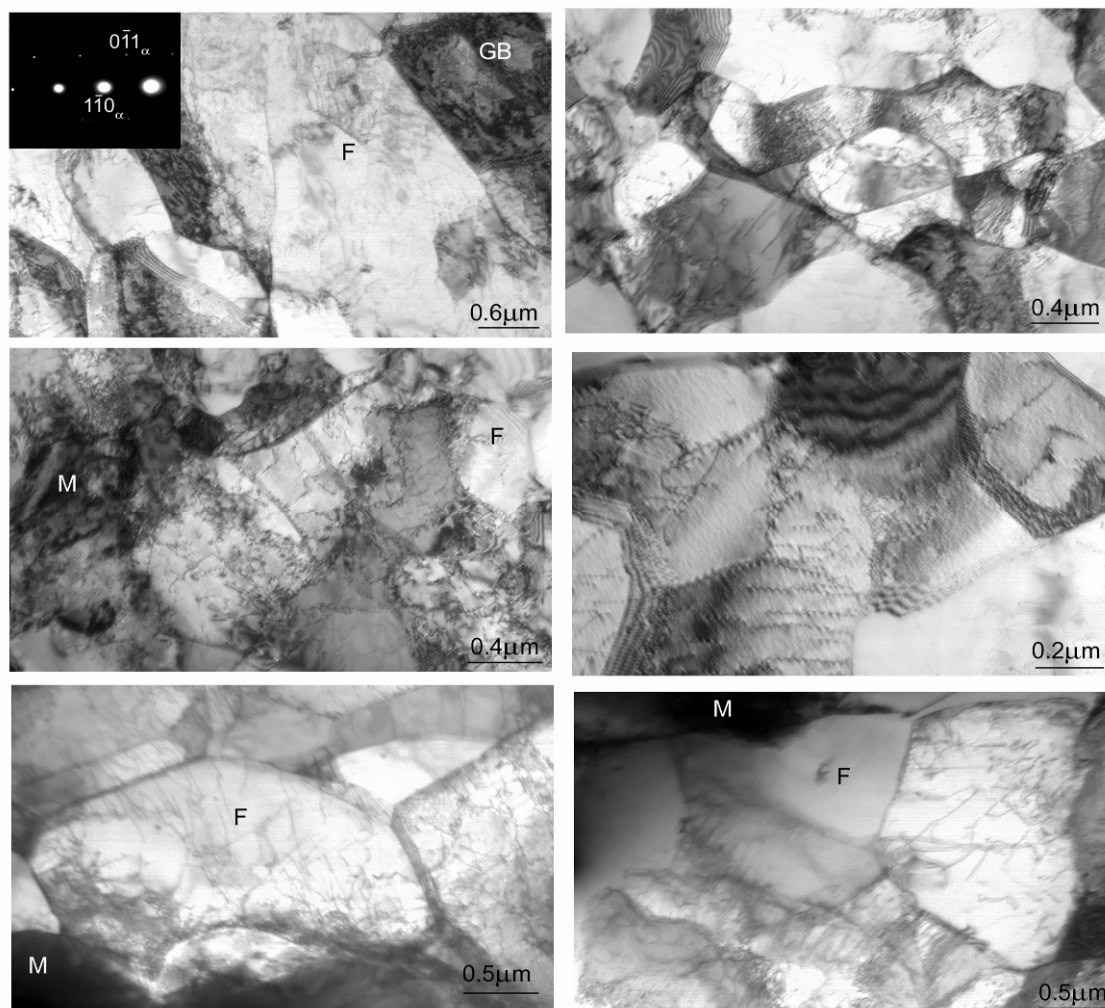


Figura 5.18 imagens de campo brilhante do aço NbTi após 600s (a-d) e 10800s (e,f) de recozimento a 800°C. SAED em a é do grão de ferrita com eixo de orientação [111]_a.

A presença de carbonetos foi somente evidente no interior da ferrita e da austenita retida, quando os contornos de grão eram predominantemente livre de qualquer precipitação. A quantidade de carbonetos diminuiu significativamente em comparação com o estado deformado, o que indica sua dissolução. Os carbonetos foram tornando-se também mais finos com aumento no tempo de recozimento, o que suportou também sua dissolução. Nenhuma perlita foi observada nos estágios mais avançados de recozimento no aço Nb-Ti. Como foi demonstrado em outro trabalho (Timokhina et al. 2004), a perlita se decompõe durante o recozimento e então os carbonetos servem como sítios adicionais de nucleação para os núcleos recristalizados.

5.7. Evolução microestrutural por MEV e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos

A seqüência de figuras 5.19-34 mostra a evolução microestrutural e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos com tempo de recozimento para as amostras sujeitas ao recozimento intercrítico a 800°C.

5.7.1 Têmpera a partir de 900°C

5.7.1.1 C-Mn 900-700

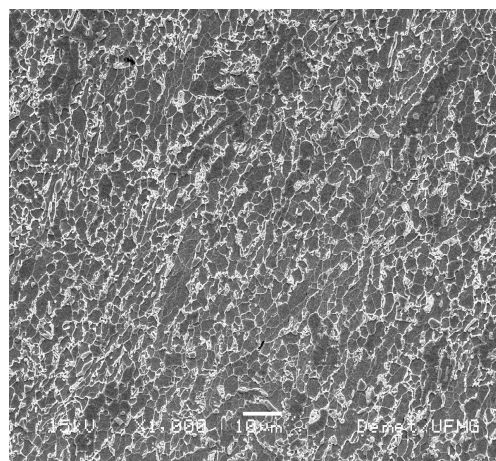
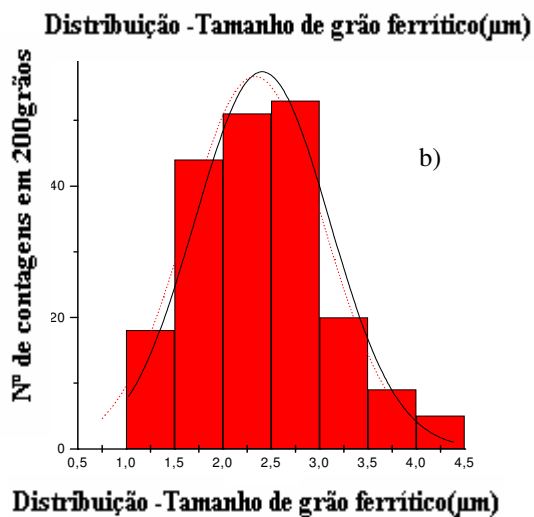
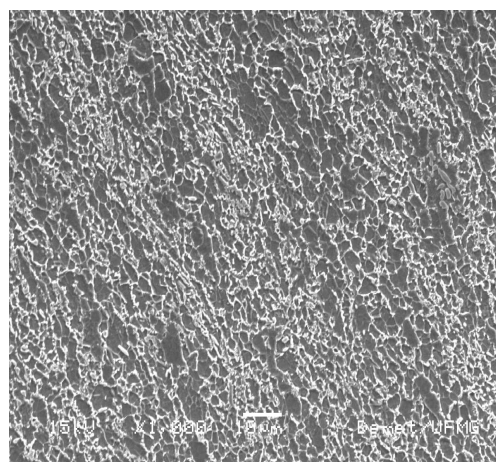
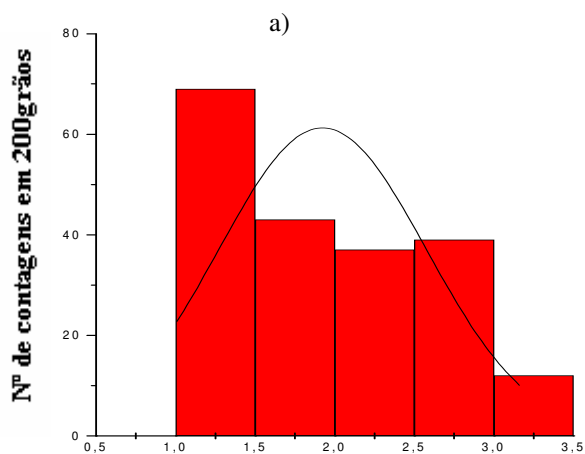


Figura 5.19 Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 700°C após têmpera a partir de 900°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento- a) 1800s e b) 3600s.

Para o tempo mais curto de recozimento (1800s), a distribuição difere consideravelmente de uma normal, com a população quase integralmente composta de grãos ultrafinos com uma grande concentração (56%) com dimensões inferiores a 2,0 μm . Um percentual significativo destes grãos equiaxiais (34,5% do total) e que ficaram aprisionados entre os carbonetos e as partículas de MA, apresentou dimensões ainda mais reduzidas, entre 1 e 1,5 μm . Para o tempo intermediário de recozimento (3600s), a distribuição aproxima-se consideravelmente de uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos e que ficaram aprisionados entre os carbonetos e as partículas de MA com uma grande concentração (83%) com dimensões inferiores a 3,0 μm . Um percentual pequeno restante dos grãos (17% do total) passou por um processo de crescimento, atingindo alguns deles dimensões superiores a 4,0 μm .

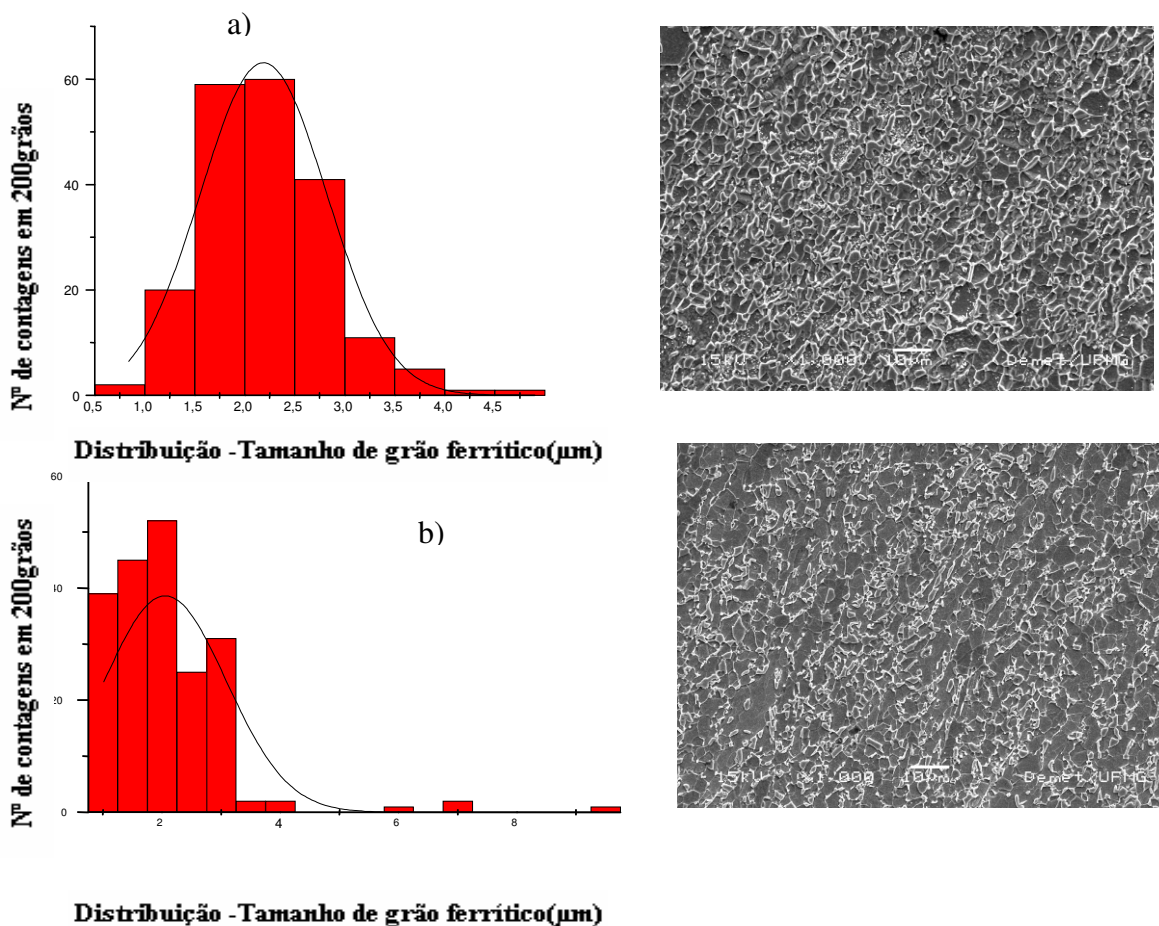


Figura 5.20 Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 700°C após têmpera a 900°C(MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento- a) 7200s e b) 10800s).

Para os tempos mais longos de recozimento (7200s), a distribuição é normal, com a população composta predominantemente de grãos ultrafinos (96,5%) com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. Um percentual muito pequeno restante dos grãos (3,5% do total) passou por um processo de crescimento, com apenas 1% apresentando dimensões superiores a $4,0\mu\text{m}$. Para o tempo mais longo de recozimento (10800s), a distribuição difere ligeiramente de uma normal, com a população composta predominantemente de grãos ultrafinos (96,0%) com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. Um percentual muito pequeno restante dos grãos (4% do total) passou por um processo de crescimento, com apenas 2% apresentando dimensões superiores a $6,0\mu\text{m}$

Para o aço C-Mn temperado a partir de 900°C e deformado a 700°C , o tamanho de grão ferrítico médio muda de $2,0 \pm 0,1\mu\text{m}$ para $2,3 \pm 0,2\mu\text{m}$ após recozimento por 60 e 10800s, respectivamente. Foi a menor variação observada para todas as situações em estudo, tanto em valores absolutos quanto percentuais, correspondendo a um percentual de crescimento de apenas 15% mesmo após 10800s de recozimento. Esta tendência de restrição ao crescimento do grão ferrítico pode ser atribuída a alguns fatores, a saber:

- O pico de tensão registrado nas curvas de fluxo especialmente no primeiro passe de deformação, atingindo cerca de 300MPa, com as curvas apontando para um perfil típico de um processo de restauração por recristalização dinâmica (Fig.5.8). O endurecimento inicial pode induzir este refinamento pela presença de microbandas. A distribuição homogênea de grãos ultrafinos não pode ser explicada apenas como provocada pela redução do espaço entre contornos de grão austeníticos, mas também pela nucleação da ferrita no interior destes grãos. Esta ferrita se nucleia intragranularmente próxima a estes contornos. Para tempos mais curtos de recozimento, uma subestrutura de deformação é nitidamente notada para a deformação aplicada a 700°C , onde tanto células de deslocamentos quanto microbandas se formam.
- A presença maciça de carbonetos finamente dispersos nos contornos, principalmente cementita na condição de menor tempo de recozimento.

- A presença de considerável percentual do constituinte MA ao longo da seção, mesmo para tempos mais longos de recozimento(7200-10800s), de carbonetos alojados nos contornos e de bainita granular.

5.7.1.2 CMn 900-740

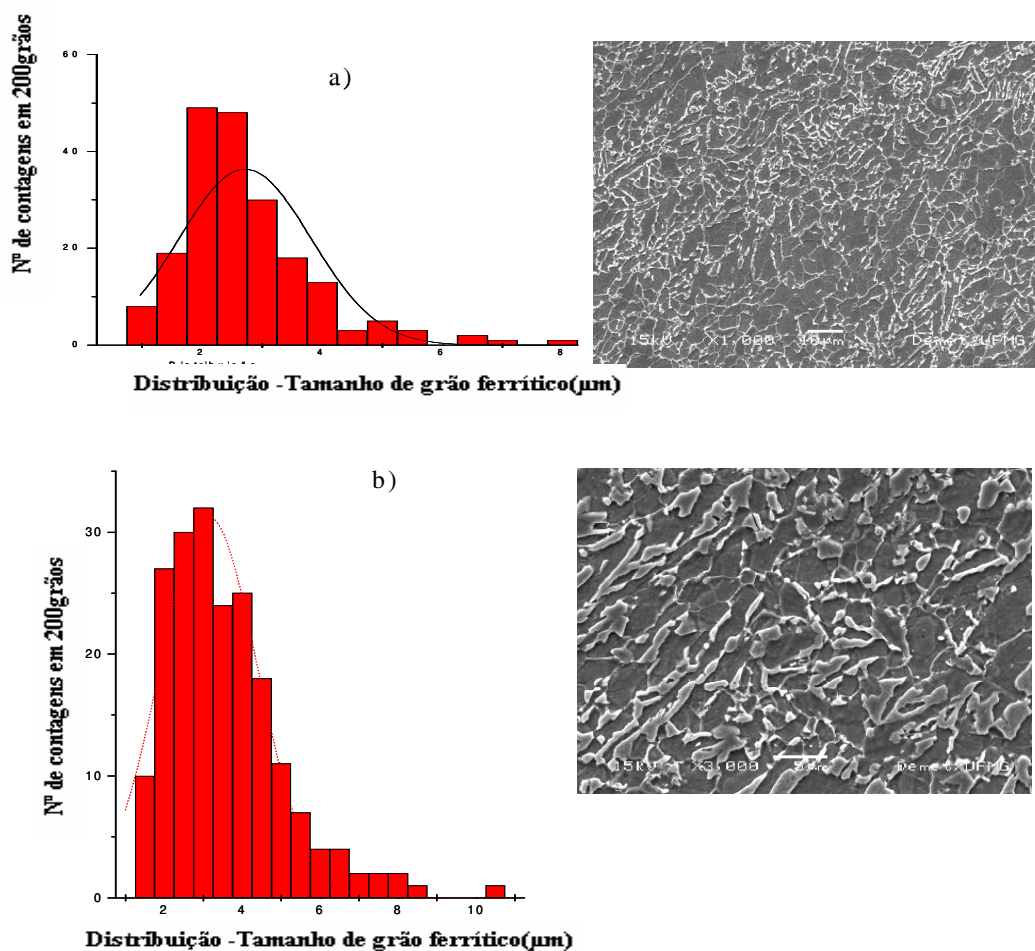


Figura 5.21 Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 740°C após têmpera a 900°C (MEV-1000x) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento- a) 1800s e b) 3600s.

Para o tempo mais curto de recozimento (1800s), a distribuição é muito próxima de uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos com uma grande concentração (77%) com dimensões inferiores a 3,0µm. Um percentual destes grãos equiaxiais (13,5% do total) e que ficaram aprisionados entre os carbonetos e as partículas de MA,

apresentou dimensões ainda mais reduzidas, entre 1 e 1,5 μm . Um percentual de 14% destes grãos cresceu acima de 3,0 μm .

Para o tempo intermediário de recozimento (3600s), a distribuição aproxima-se muito de uma normal, com a população composta de 45% de grãos ultrafinos com dimensões inferiores a 3,0 μm . Um percentual dos grãos passou por um processo de crescimento, atingindo 8% do total dimensões superiores a 6,0 μm .

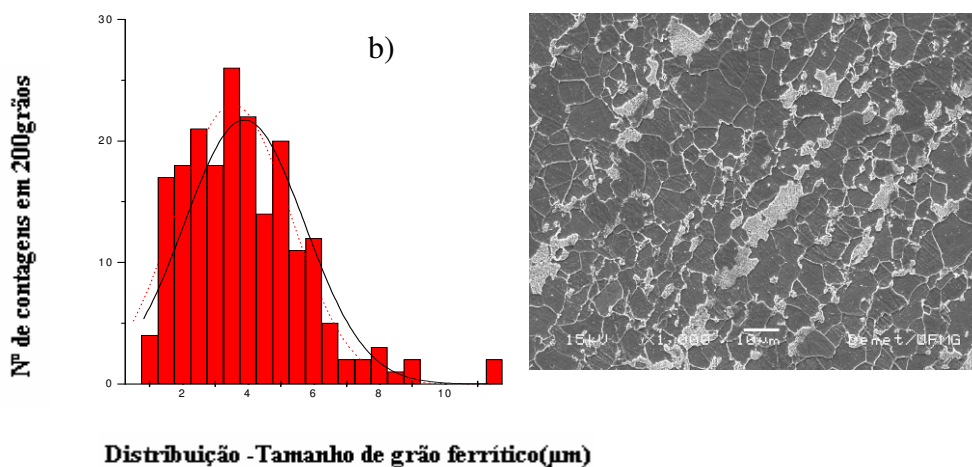
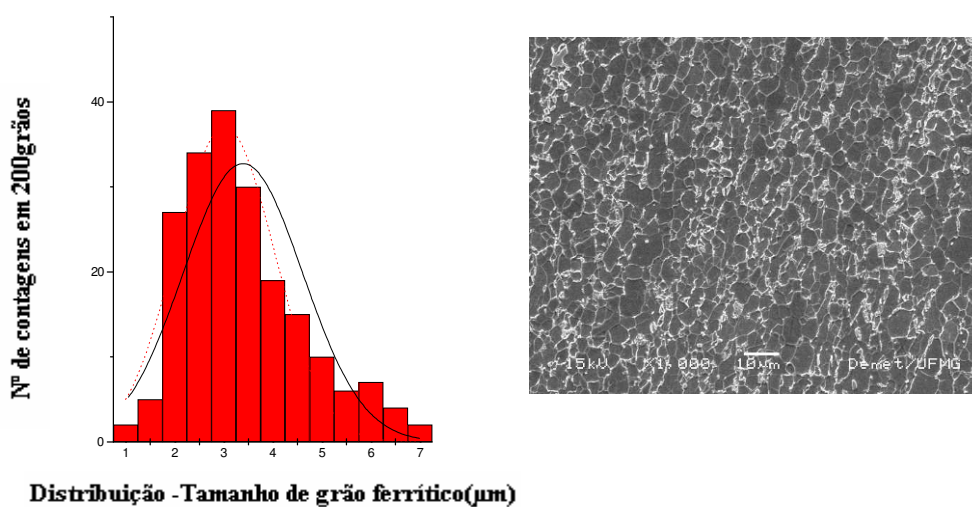


Figura 5.22 Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 740 $^{\circ}\text{C}$ após têmpera a partir de 900 $^{\circ}\text{C}$ (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento - a) 7200s e b) 10800s.

Para os tempos mais longos de recozimento (7200s), a distribuição é normal, com a população composta em sua maioria de grãos ultrafinos (53,5%) com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. Um percentual pequeno dos grãos (6,5% do total) passou por um processo de crescimento, apresentando dimensões superiores a $6,0\mu\text{m}$.

Para o tempo mais longo de recozimento (10800s), a distribuição também se aproxima bastante de uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos (39,0%) com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. Um percentual considerável restante dos grãos (14,5% do total) passou por um processo de crescimento e apresentou dimensões superiores a $6,0\mu\text{m}$. Alguns apresentaram crescimento anormal e superaram $9\mu\text{m}$.

Para o aço C-Mn deformado a 740°C , o tamanho de grão ferrítico médio muda de $2,2 \pm 0,1\mu\text{m}$ para $4,3 \pm 0,2\mu\text{m}$ após recozimento por 60 e 10800s, respectivamente. Um crescimento mais significativo para os grãos ferríticos só foi constatado para o tempo mais longo de recozimento, ocorrendo praticamente uma duplicação se comparado ao tamanho inicial, quando a presença de MA e de precipitados praticamente é substituída por perlita em algumas colônias. A microestrutura inicial consistia de grãos deformados, com subestrutura e uma presença de precipitados finamente dispersos, além de MA. Se compararmos com o mesmo aço submetido à torção na temperatura mais baixa, algumas impressões podem ser deduzidas.

O crescimento percentual do tamanho médio de grão ferrítico foi muito mais significativo, cerca de 95%, apontando que a temperatura de deformação tem influência determinante na evolução microestrutural durante o recozimento. Esta indicação de que o grau de encruamento produzido pelo processo torsional poderá servir como força motriz para a recristalização e crescimento de grão vem ao encontro da afirmação de McQueen e Jonas (1975), de que a densidade de sub-grãos é inversamente proporcional à temperatura de deformação.

Outra possibilidade considerável de fator restritivo ao crescimento de grão é de que a formação de precipitados por deformação seja mais intensa à temperatura mais baixa. A

presença de partículas finas de 2ª fase estabiliza a subestrutura, aumenta a tensão de escoamento por formação de solução sólida e atrasa a recristalização.

5.7.1.3 Nb Ti 900-700

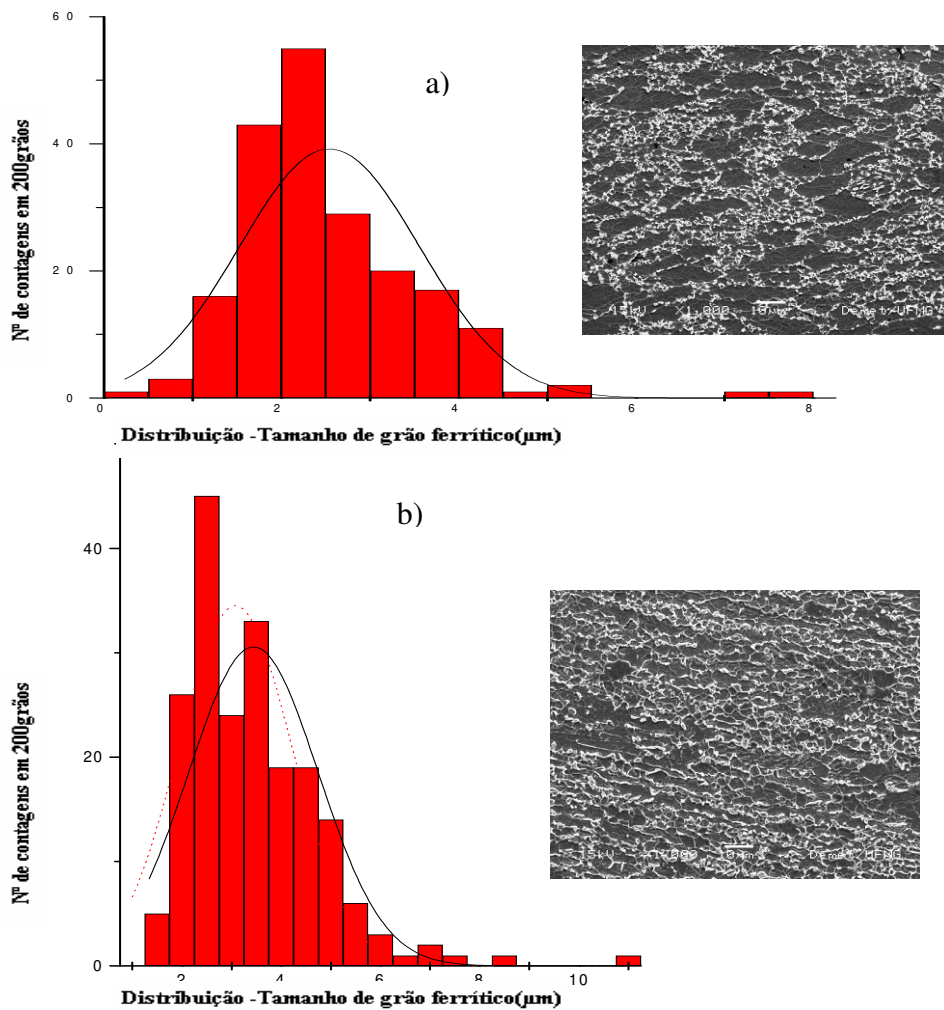


Figura 5.23 Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 700°C após têmpera a partir de 900°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento - a) 1800s e b) 3600s.

Para o tempo mais curto de recozimento (1800s), a configuração da distribuição é de uma normal, com a população composta em 50% de grãos ultrafinos com uma concentração (20%) com dimensões inferiores a 2,0μm.

Para o tempo intermediário de recozimento (3600s), a distribuição aproxima-se consideravelmente de uma normal, com 50% da população composta de grãos ultrafinos com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$ e que ficaram aprisionados entre os carbonetos e as partículas de MA. Um percentual restante dos grãos (33,5% do total) passou por um processo de crescimento, atingindo alguns deles dimensões superiores a $6,0\mu\text{m}$.

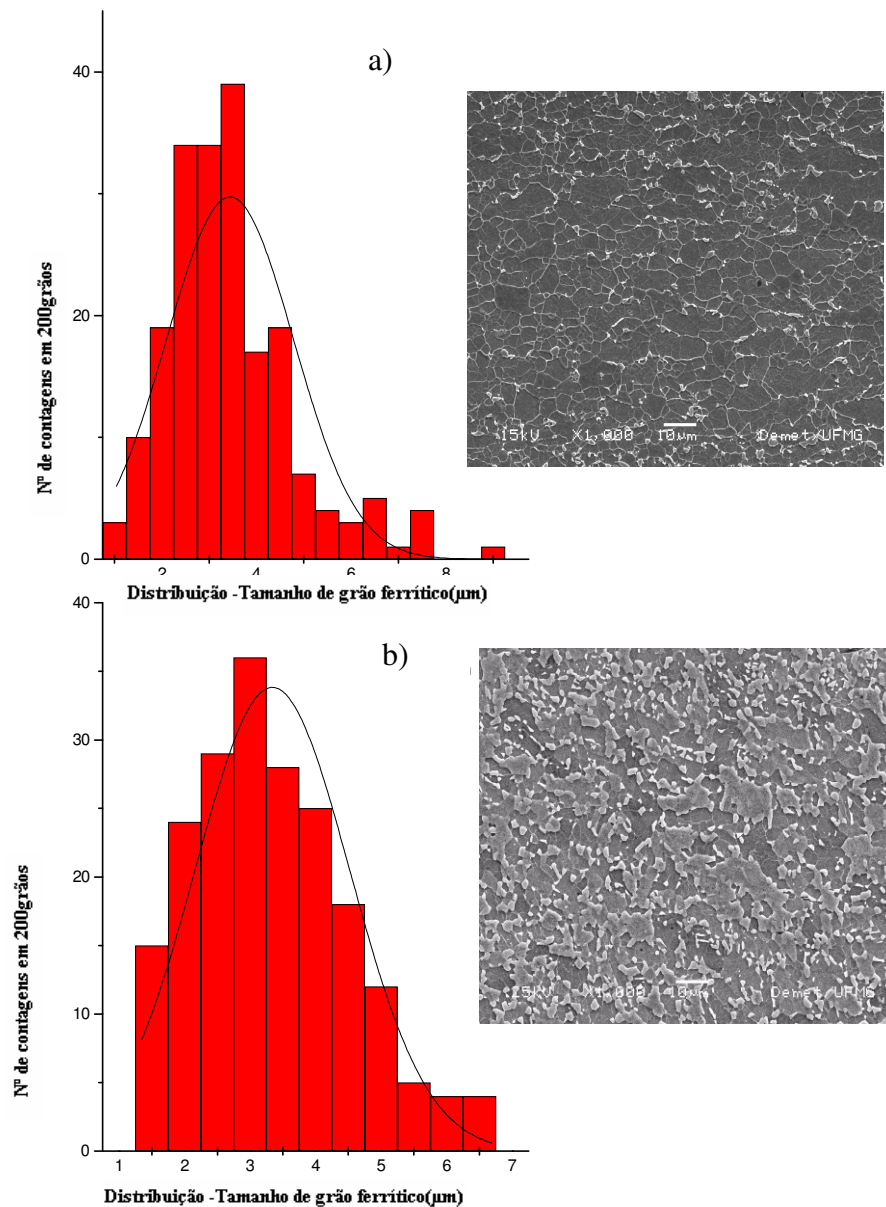


Figura 5.24 Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 700°C após têmpera a partir de 900°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento - a) 7200s e b) 10800s.

Para os tempos mais longos de recozimento (7200s), a distribuição é normal, com a população composta em sua maioria de grãos ultrafinos (63,5%) com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. Um percentual pequeno dos grãos (5% do total) passou por um processo de crescimento, apresentando dimensões superiores a $6,0\mu\text{m}$.

Para o tempo mais longo de recozimento (10800s), a distribuição é praticamente igual a uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos (52,0 %) com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. Um percentual muito pequeno restante dos grãos (4,0 % do total) passou por um processo de crescimento e apresentou dimensões superiores a $6,0\mu\text{m}$.

Para o aço Nb-Ti, o crescimento de grão da ferrita foi bem restrito durante o recozimento e seu tamanho médio aumentou de $2,6\pm 0,1\mu\text{m}$ após 60s de recozimento para $3,6\pm 0,2\mu\text{m}$, após recozimento por 10800s. A microestrutura das amostras após os tempos de recozimento curtos (Fig. 5.23) é não homogênea compreendendo áreas de grãos alongados da ferrita deformados subdivididos e áreas de grãos recristalizados equiaxiais assim como algumas poucas regiões de martensita e de austenita. Até o tempo de recozimento de 1800s, o crescimento de grão ferrítico foi bastante limitado, da ordem de 14%, e o percentual de MA bastante elevado, cerca de 19%, com uma considerável dispersão ao longo da seção estudada. Para tempos mais longos, a presença do constituinte MA foi bem reduzida, assim como a presença de precipitados, permitindo uma certa mobilidade dos contornos e levando, assim, a um crescimento adicional dos grãos ferríticos, pois os fatores que poderiam restringir esta mobilidade já não estavam mais presentes na microestrutura.

Este comportamento sinaliza para a existência de um tempo de incubação no recozimento para início de recristalização e posterior crescimento de grão.

5.7.1.4 Nb Ti 900-740

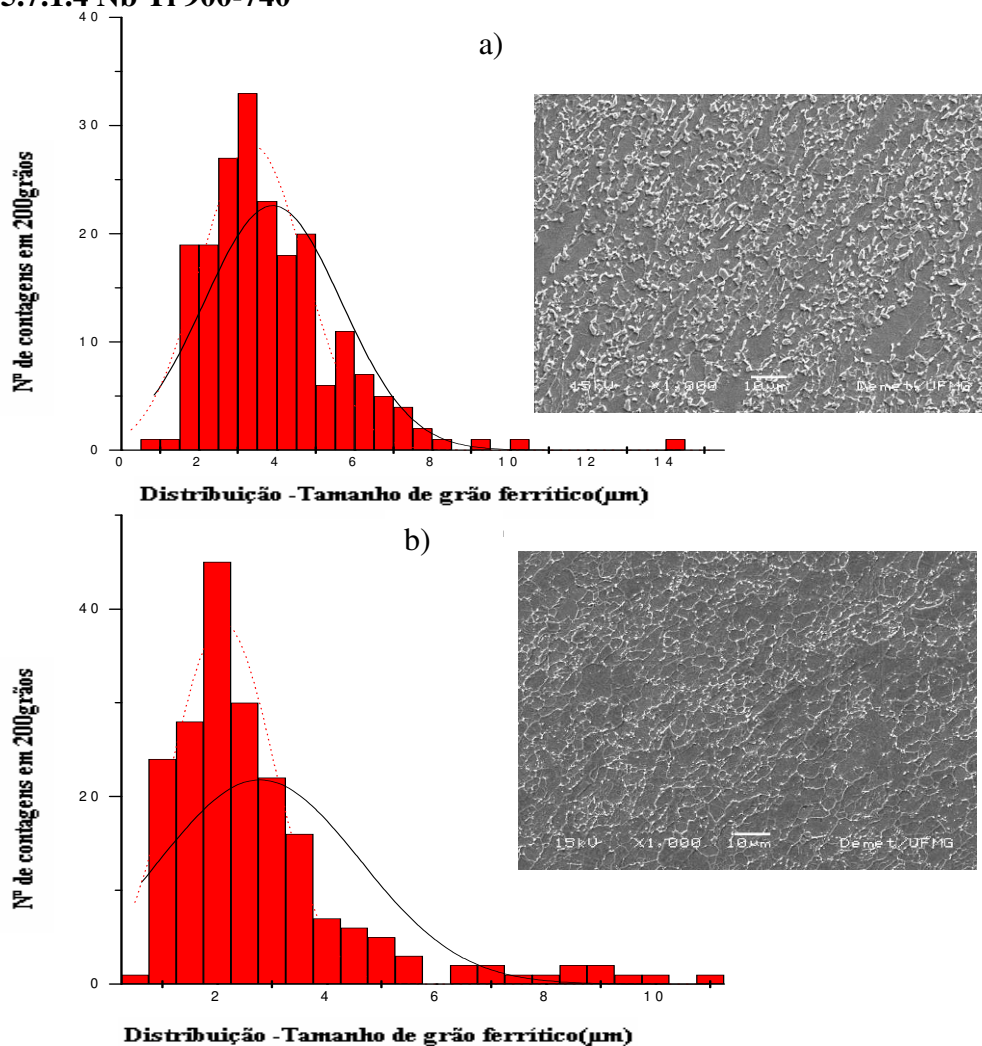


Figura 5.25 Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 740°C após têmpera a partir de 900°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento- a) 1800s e b) 3600s.

Para o tempo mais curto de recozimento (1800s), a distribuição é muito próxima de uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos com uma grande concentração (50,0%) com dimensões inferiores a 3,0μm. Um percentual destes grãos equiaxiais (20,0 % do total) e que ficaram aprisionados entre os precipitados e as partículas de MA, apresentou dimensões reduzidas, abaixo de 2,0μm. Um percentual de 48,5% destes grãos cresceu acima de 3,0μm. Ocorreu crescimento anormal para um percentual insignificante.

Para o tempo intermediário de recozimento (3600s), a distribuição aproxima-se ligeiramente de uma normal, com a população em sua maioria composta (75%) por grãos ultrafinos com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. Um percentual pouco significativo dos grãos passou por um processo de crescimento, atingindo 6,5% do total dimensões superiores a $6,0\mu\text{m}$

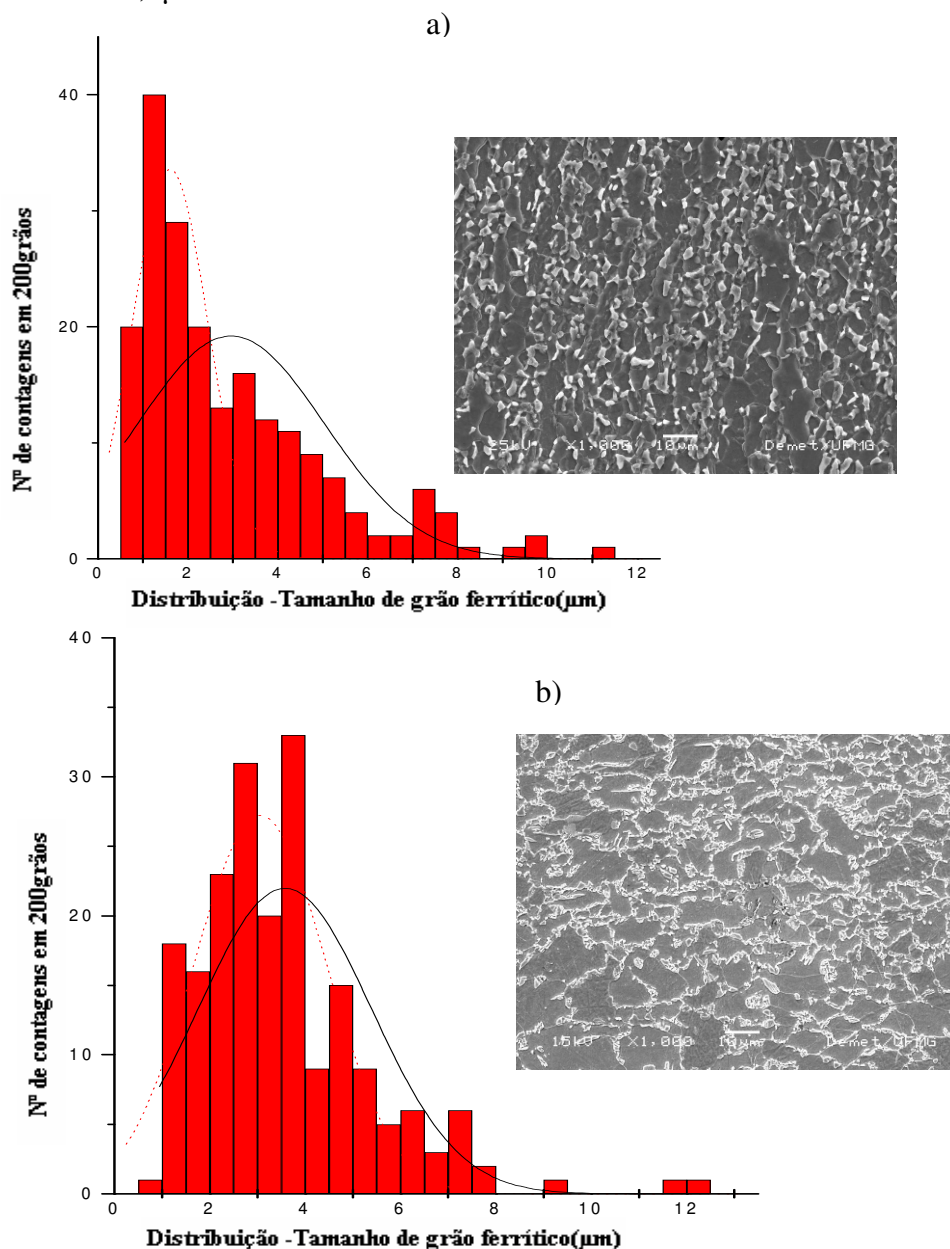


Figura 5.26 Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 740°C após têmpera a partir de 900°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento - a) 7200s e b) 10800s.

Para os tempos mais longos de recozimento (7200s), a distribuição aproxima-se de uma normal, com a população composta por grãos ultrafinos (69,0%) com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. Um percentual pequeno dos grãos (8,0% do total) passou por um processo de crescimento, apresentando dimensões superiores a $6,0\mu\text{m}$. Um percentual considerável apresentou dimensões entre 3 e $6\mu\text{m}$.

Para o tempo mais longo de recozimento (10800s), a distribuição também se aproxima bastante de uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos (54,5%) com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. Um percentual considerável restante dos grãos (10,0% do total) passou por um processo de crescimento e apresentou dimensões superiores a $6,0\mu\text{m}$. Alguns apresentaram crescimento anormal e superaram $10\mu\text{m}$.

Para o aço Nb-Ti, o crescimento dos grãos de ferrita é mais discreto se comparado ao aço C-Mn para a mesma temperatura de deformação (95%), ainda que este tenha um tamanho de grão inferior para a condição inicial. Durante o recozimento seu tamanho médio aumenta de $2,9\pm 0,1\mu\text{m}$ após 60s de recozimento para $4,0\pm 0,2\mu\text{m}$ após recozimento por 10800s, correspondendo a um crescimento percentual de aproximadamente 38%. A microestrutura das amostras após os tempos de recozimento curtos (Fig.5.25) é não homogênea, compreendendo as áreas de grãos alongados da ferrita deformados e subdivididos e as áreas da grãos recristalizados equiaxiais assim como algumas poucas regiões de martensita e de austenita. A presença do constituinte MA foi mantida em níveis elevados, mesmo para os maiores tempos de recozimento. Foi constatada ao longo de todo processo a presença de precipitados de diferentes morfologias, especialmente nitretos de Ti, que não se dissolvem nas temperaturas aqui empregadas. Os carbonetos induzidos por deformação também trabalharam no sentido de restringir o crescimento de grão.

5.7.2.1 Têmpera a partir de 1200°C - C-Mn 1200-700

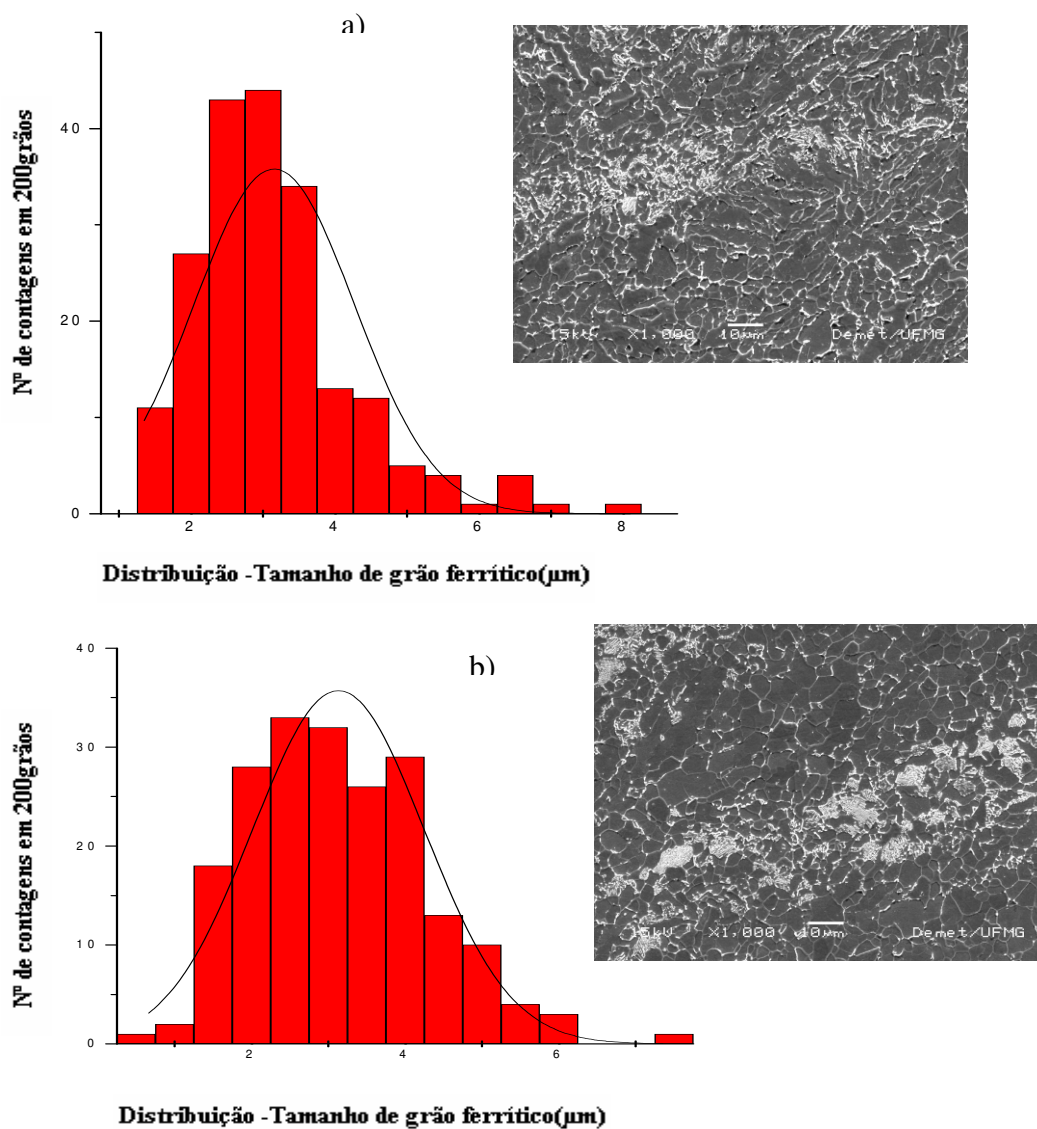


Figura 5.27 Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 700°C após têmpera a partir de 1200°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento - a) 1800s e b) 3600s.

Para o tempo mais curto de recozimento (1800s), a distribuição aproxima-se consideravelmente de uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos com uma grande concentração (62,5%) com dimensões inferiores a 3,0 μm e o restante com

34,5% abaixo de $6\mu\text{m}$, sendo que alguns poucos grãos apresentaram crescimento anormal acima deste valor.

Para o tempo intermediário de recozimento (3600s), a distribuição é uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos e que ficaram aprisionados entre as colônias de perlita e as partículas de MA com uma concentração (47,5%) com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. O percentual restante dos grãos passou por um processo de crescimento, atingindo dimensões entre $3,0$ e $6,0\mu\text{m}$.

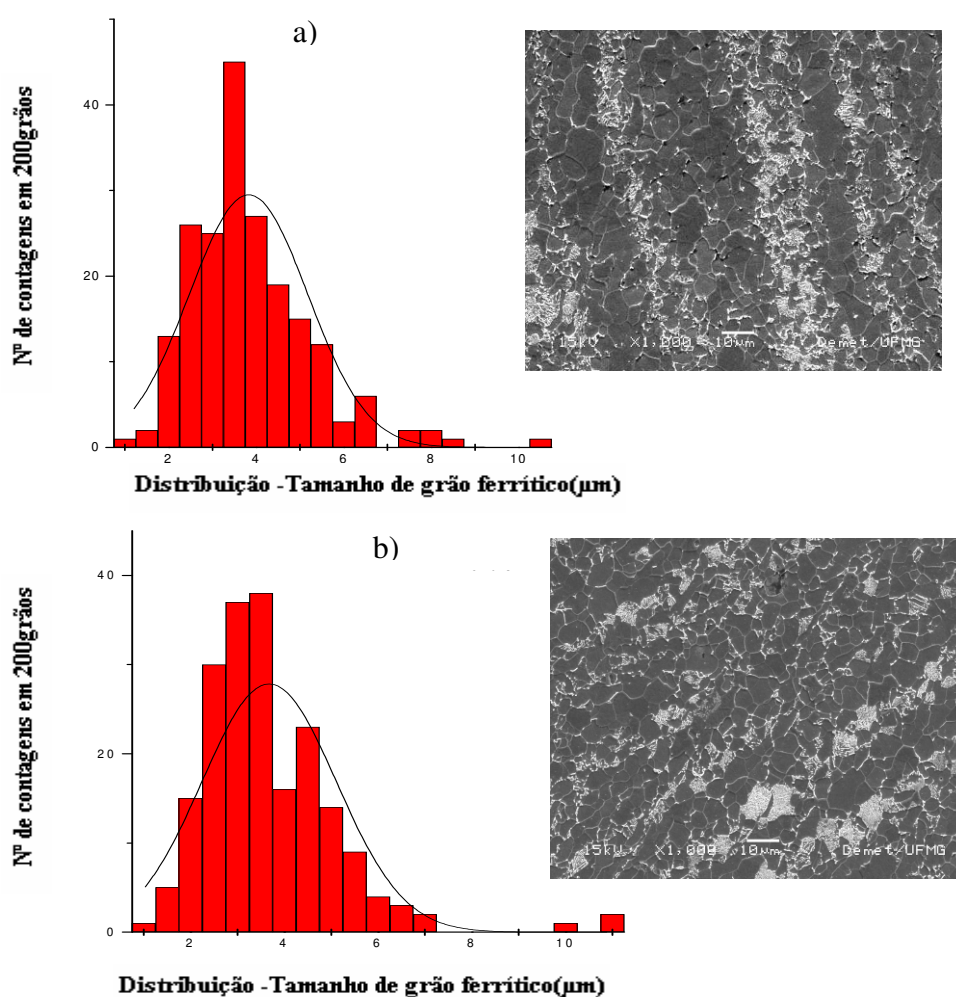


Figura 5.28 Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 700°C após têmpera a partir de 1200°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento- a) 7200s e b) 10800s.

Para os tempos mais longos de recozimento (7200s), a distribuição é normal, com a população composta por grãos ultrafinos (33,5%) com dimensões inferiores a 3,0 μ m. A faixa central da distribuição (22%) foi constituída de grãos com dimensões da ordem de 3,5 μ m. O restante dos grãos passou por um processo de crescimento, apresentando dimensões superiores a 4,0 μ m.

Para o tempo mais longo de recozimento (10800s), a distribuição aproxima-se consideravelmente de uma normal, com a população composta por grãos ultrafinos (33,5%) com dimensões inferiores a 3,0 μ m. A faixa central da distribuição (19%) foi constituída de grãos com dimensões da ordem de 3,5 μ m. Um percentual muito pequeno restante dos grãos (6,5% do total) passou por um processo de crescimento apresentando dimensões superiores a 6,0 μ m. À exceção de alguns poucos grãos que apresentaram crescimento anormal, o restante da distribuição situou-se entre 3 e 6 μ m.

Para o aço C-Mn, o tamanho médio de grão ferrítico muda de 3,2 \pm 0,1 μ m para 4,8 \pm 0,2 μ m após recozimento por 600 e 10800s, respectivamente.. A microestrutura das amostras após os tempos de recozimento curtos (Fig. 5.27) é não homogênea, compreendendo as áreas de grãos alongados da ferrita deformados e subdivididos e as áreas da grãos recristalizados equiaxiais, assim como algumas poucas regiões de MA e de austenita. Para tempos maiores de recozimento, isto é, a partir de 3600s, a presença de perlita torna-se muito evidente.

5.7.2.2 C-Mn 1200-740

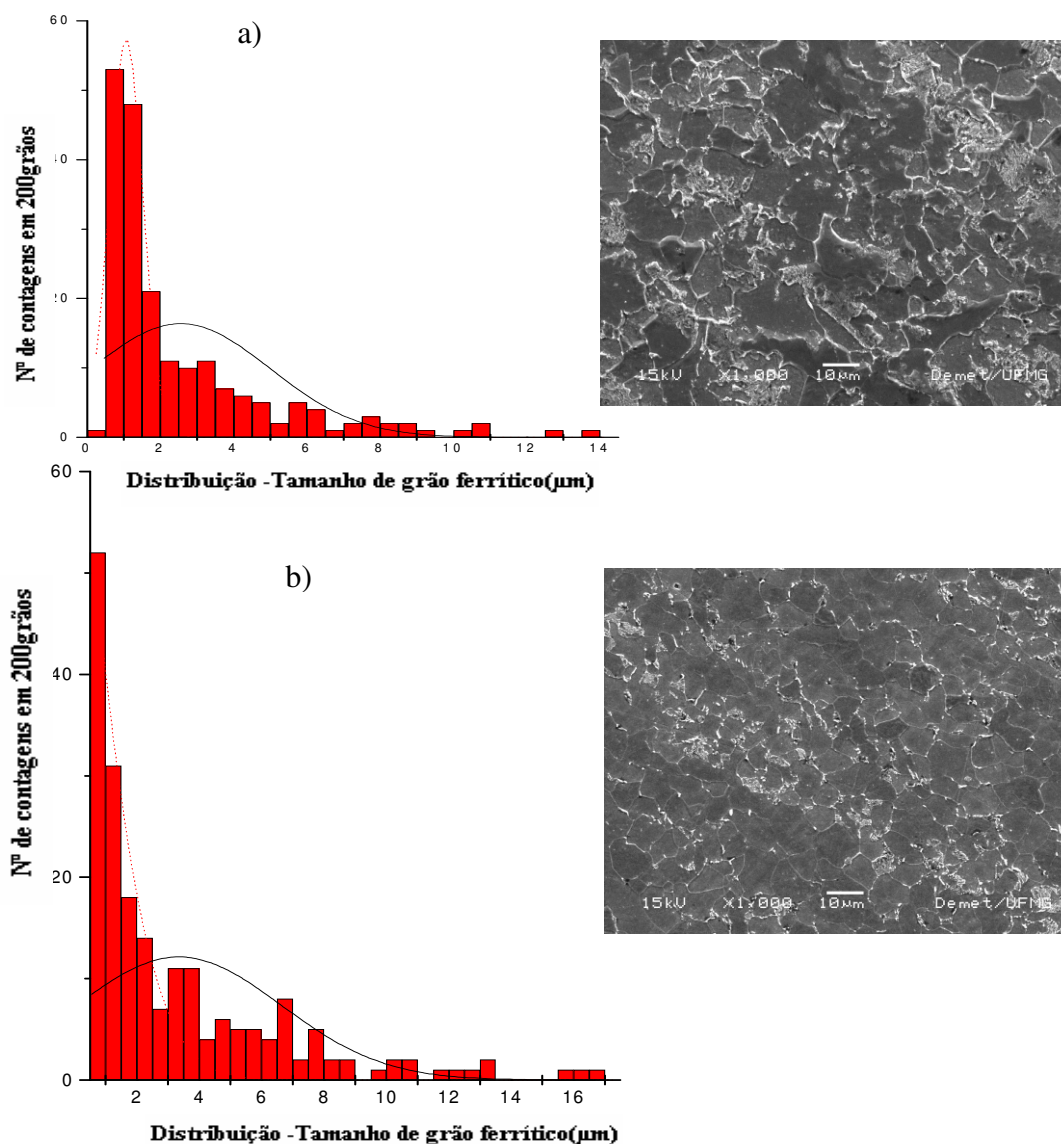


Figura 5.29 Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 740°C após têmpera a partir de 1200°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento- a) 1800s e b) 3600s.

Para o tempo mais curto de recozimento (1800s), a distribuição é afastada de uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos com uma grande concentração (77,5%) com dimensões inferiores a 3,0μm. O restante apresentou grande heterogeneidade dimensional, com destaque para 51,0% destes grãos com dimensões

reduzidas, próximas a $1\mu\text{m}$, provavelmente resultantes da formação induzida por deformação. Um percentual de 7,0% dos grãos cresceu acima de $6,0\mu\text{m}$.

Para o tempo intermediário de recozimento (3600s), a distribuição desvia-se de uma normal, com a população composta de 66,5% de grãos ultrafinos com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. O restante apresentou grande heterogeneidade dimensional, com destaque para 41,5% destes grãos com dimensões reduzidas, próximas a $1\mu\text{m}$, provavelmente resultantes da formação induzida por deformação. Um percentual de 6,0% dos grãos cresceu acima de $6,0\mu\text{m}$.

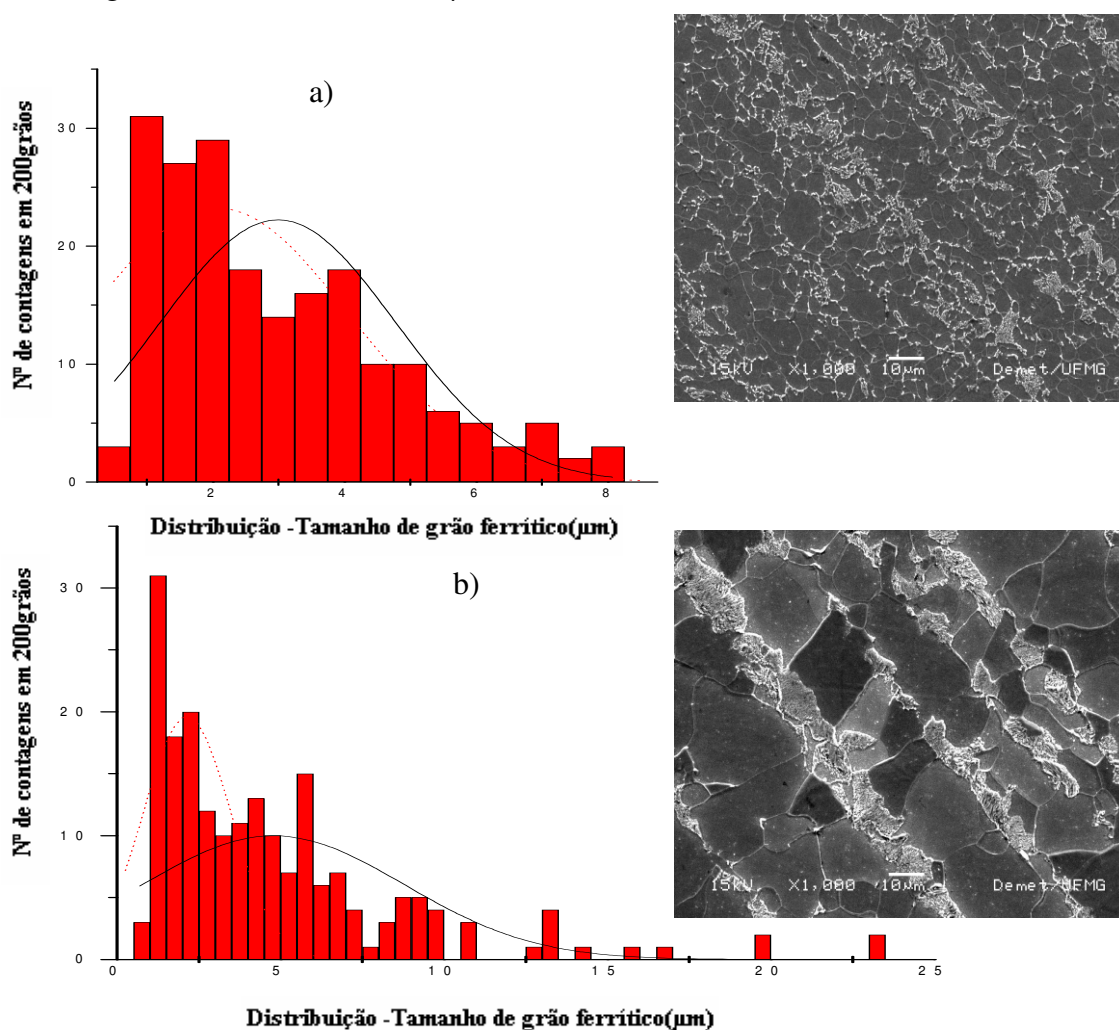


Figura 5.30 Evolução microestrutural do aço C-Mn deformado a 740°C após têmpera a partir de 1200°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento - a) 7200s e b) 10800s.

Para os tempos mais longos de recozimento (7200s), a distribuição é próxima a uma normal, com a população composta em sua maioria de grãos ultrafinos (66,5%) com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. Um percentual pequeno dos grãos (9,0% do total) passou por um processo de crescimento, apresentando dimensões superiores a $6,0\mu\text{m}$.

Para o tempo mais longo de recozimento (10800s), a distribuição também se distancia de uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos (47,0%) com dimensões inferiores a $3,0\mu\text{m}$. Ocorreu grande heterogeneidade dimensional e um percentual considerável restante dos grãos (22,0% do total) passou por um processo de crescimento e apresentou dimensões superiores a $6,0\mu\text{m}$. Alguns poucos apresentaram crescimento anormal e superaram $15,0\mu\text{m}$.

Para o aço C-Mn, o TG ferrítico muda de $3,2 \pm 0,1\mu\text{m}$ para $6,2 \pm 0,3\mu\text{m}$ após recozimento por 60 e 10800s, respectivamente. É o maior tamanho de grão ferrítico médio observado em todas as situações estudadas. Para o aço Nb-Ti, o crescimento de grão da ferrita é bem mais discreto durante o recozimento e seu tamanho médio aumenta de $2,7 \pm 0,1\mu\text{m}$ após 600s de recozimento para $3,3 \pm 0,1\mu\text{m}$ após recozimento por 10800s. A microestrutura das amostras após os tempos de recozimento curtos é não homogênea, compreendendo áreas de grãos alongados da ferrita deformados e subdivididos, assim como algumas poucas regiões de MA e de austenita. O percentual de perlita tornou-se significativo após 7200s de recozimento.

5.7.2.3 Nb-Ti 1200-700

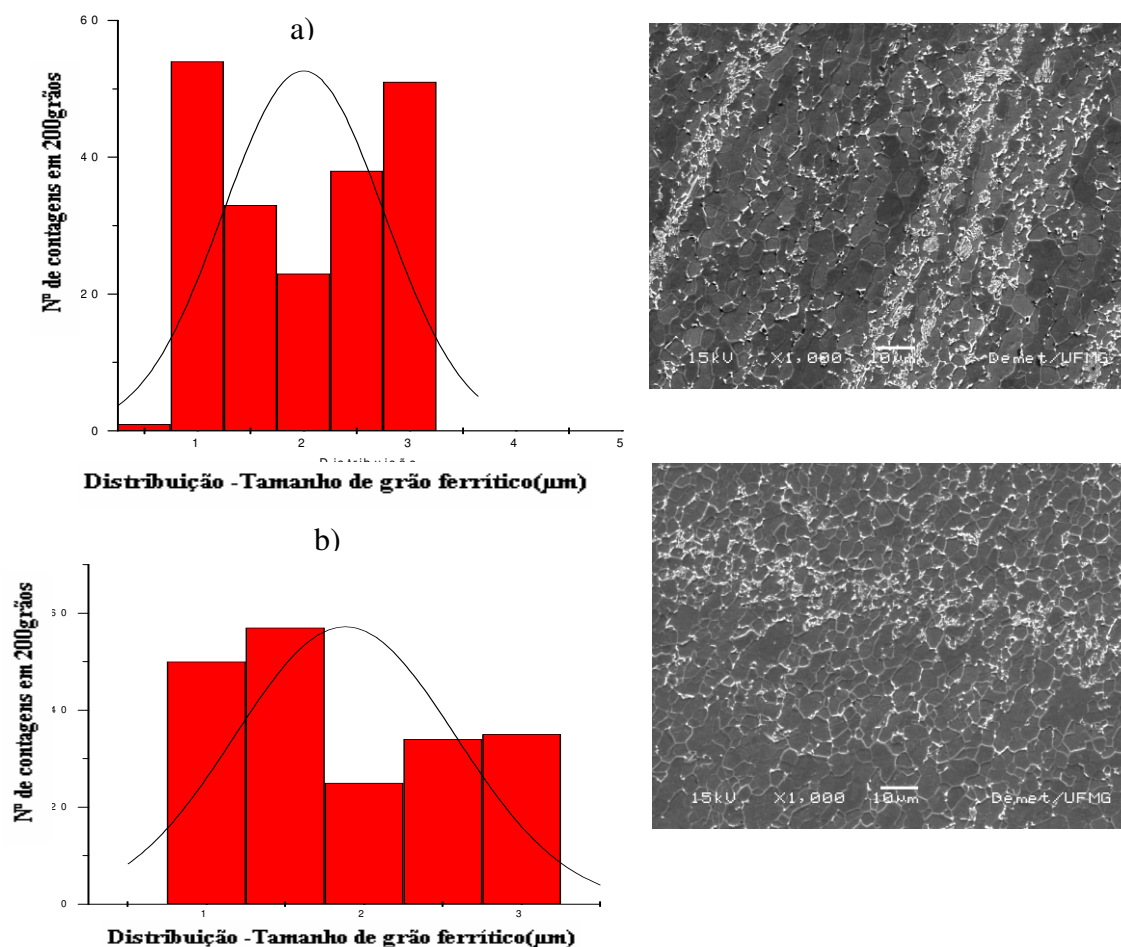


Figura 5.31 Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 700°C após têmpera a partir de 1200°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento- a) 1800s e b) 3600s.

Para o tempo mais curto de recozimento (1800s), a configuração da distribuição diverge de uma normal, com a população composta de apenas 17,5% de grãos ultrafinos com dimensões inferiores a 3,0μm. Aproximadamente 24% apresentou dimensões entre 3 e 6μm, enquanto que pouco mais da metade do total superou os 6μm.

Para o tempo intermediário de recozimento (3600s), a distribuição também desvia-se consideravelmente de uma normal, com apenas 6,0% da população composta de grãos ultrafinos com dimensões inferiores a 3,0μm. O percentual restante dos grãos passou por um processo de crescimento, atingindo muitos deles dimensões superiores a 6,0μm.

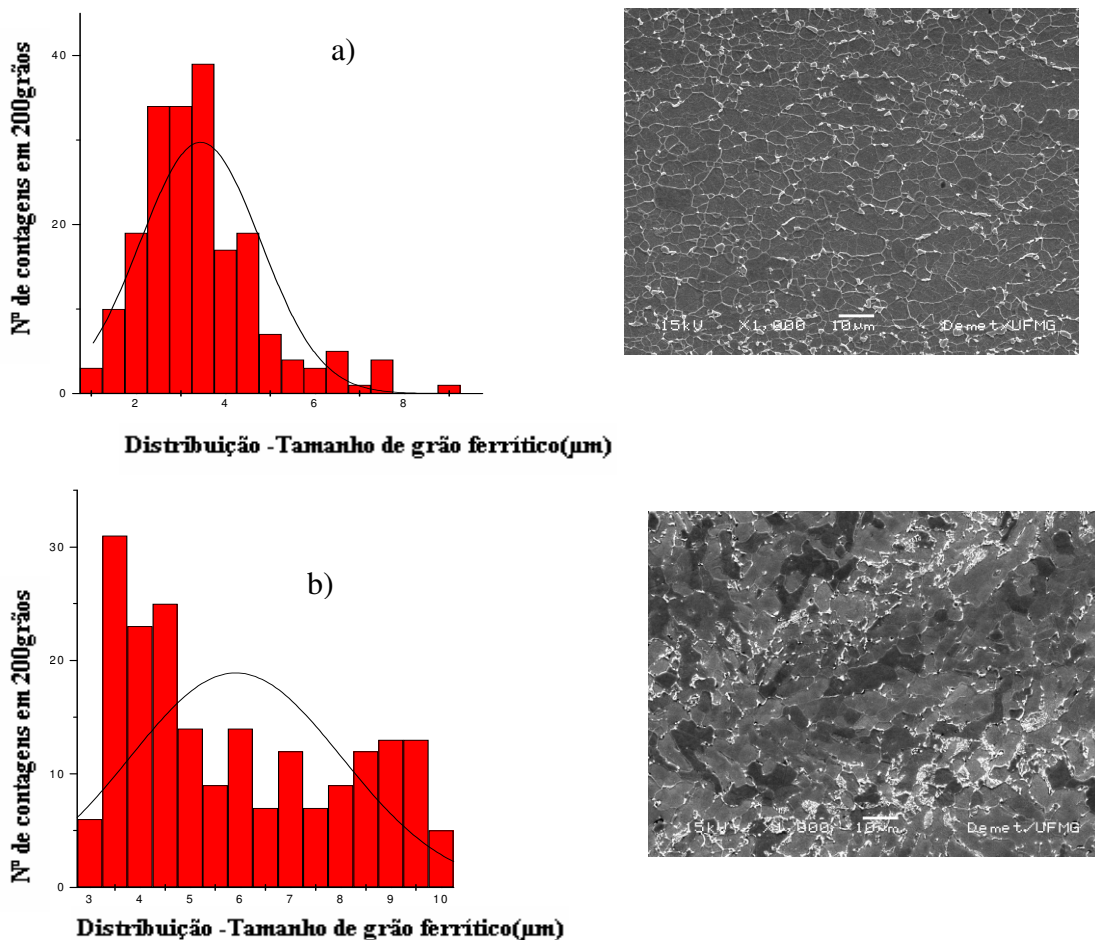


Figura 5.32 Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 700°C após têmpera a partir de 1200°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais longos de recozimento- a) 7200s e b) 10800s.

Para os tempos mais longos de recozimento (7200s), a distribuição aproxima-se ligeiramente de uma normal, com a população composta por apenas 4,0 % de grãos ultrafinos com dimensões inferiores a 3,0 μm . O restante dos grãos passou por um processo de crescimento, com um percentual significativo apresentando dimensões superiores a 6,0 μm .

Para o tempo mais longo de recozimento (10800s), a distribuição não se aproxima de uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos em apenas 4,5% com dimensões inferiores a 3,0 μm . O restante dos grãos passou por um processo de crescimento com uma parcela considerável com dimensões superiores a 6,0 μm .

O recozimento após têmpera a partir de 1200°C e deformação a 700°C, apresentou um caráter de excepcionalidade com relação a todas as outras situações estudadas. O crescimento de grão da ferrita ocorreu com o tamanho médio aumentando de $3,2 \pm 0,4 \mu\text{m}$ após 600s de recozimento para $4,9 \pm 0,1 \mu\text{m}$ após recozimento por 10800s. A microestrutura após torção indicava uma concentração dos precipitados de Fe_3C de forma alinhada ao longo das bandas de deformação, que por sua vez estavam isoladas. Desta maneira não houve fatores mais significativos que pudessem ser limitantes ao crescimento de grão, conduzindo aos perfis de distribuição hora apresentados.

5.7.2.4 Nb-Ti 1200-740

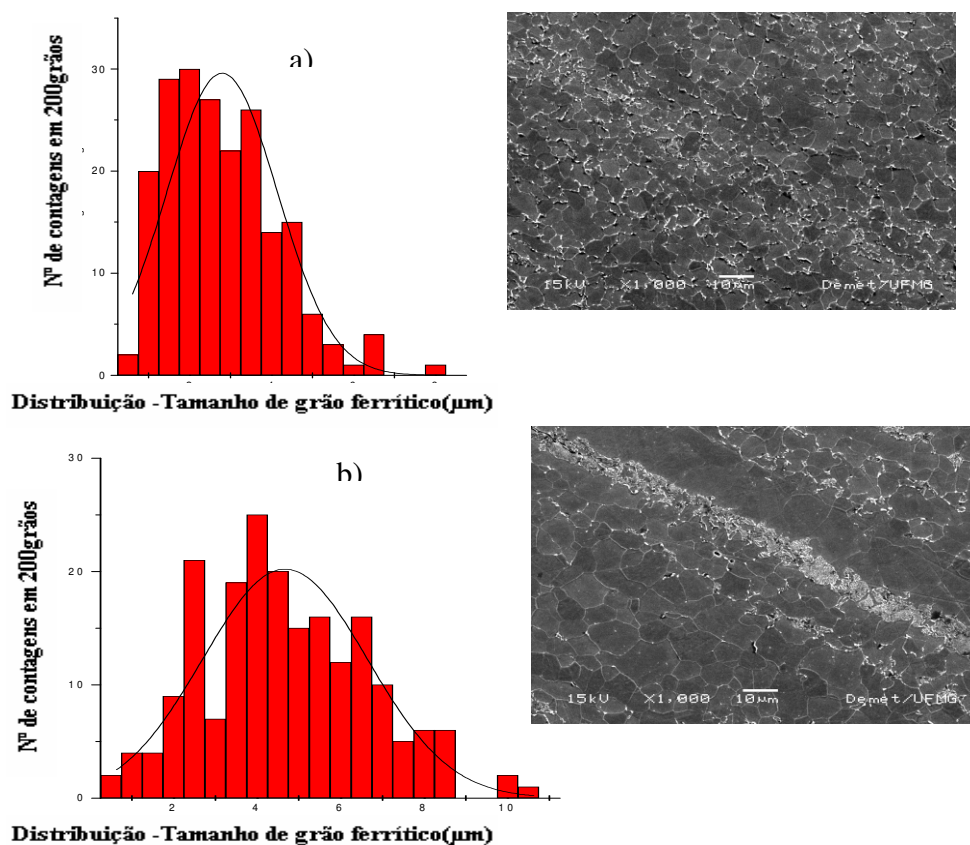


Figura 5.33 Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 740°C após têmpera a partir de 1200°C (MEV) e a distribuição de tamanhos médios de grãos ferríticos para tempos mais curtos de recozimento- a) 1800s e b) 3600s.

Para o tempo mais curto de recozimento (1800s), a distribuição é muito próxima de uma normal, com a população composta de grãos ultrafinos com uma grande concentração

(65,0%) com dimensões inferiores a 3,0 μm . Um percentual destes grãos (41,0 % do total) e que ficaram aprisionados entre os precipitados e as partículas de MA, apresentou dimensões reduzidas, abaixo de 2,0 μm . Um percentual de 58,5% destes grãos cresceu acima de 3,0 μm . Ocorreu crescimento anormal para um percentual insignificante.

Para o tempo intermediário de recozimento (3600s), a distribuição aproxima-se bastante de uma normal, com a população composta em 23,5% por grãos ultrafinos com dimensões inferiores a 3,0 μm . Um percentual significativo dos grãos passou por um processo de crescimento, atingindo 29% do total dimensões superiores a 6,0 μm .

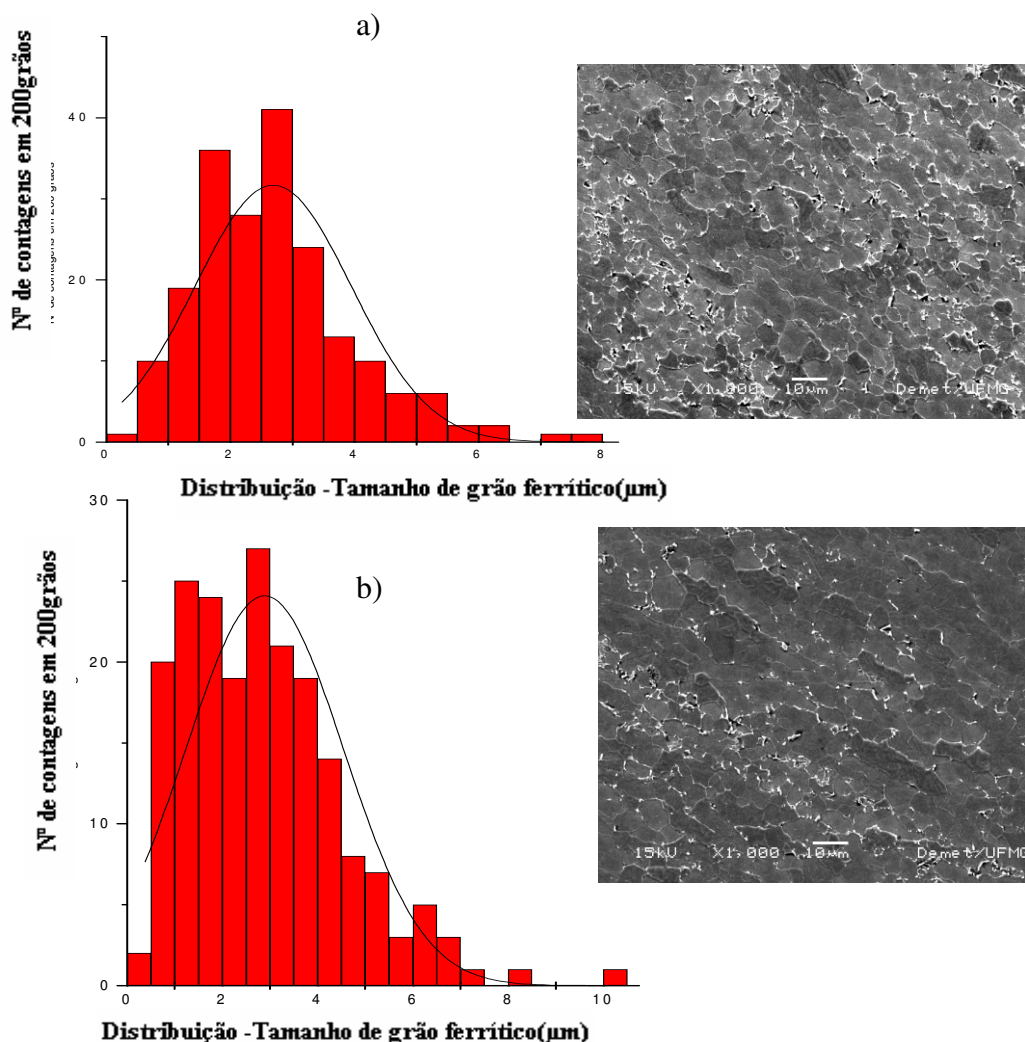


Figura 5.34 Evolução microestrutural do aço Nb-Ti deformado a 740 $^{\circ}\text{C}$ após t \acute{e} mpera a partir de 1200 $^{\circ}\text{C}$ (MEV) e a distribui \tilde{c} o de tamanhos m \acute{e} dios de gr \acute{o} es ferr \acute{i} ticos para tempos mais longos de recozimento- a) 7200s e b) 10800s.

Para os tempos mais longos de recozimento (7200s), a distribuição aproxima-se muito de uma normal, com a população composta de 79,5% de grãos ultrafinos com dimensões inferiores a 3,0 μ m. O restante dos grãos passou por um processo discreto de crescimento, com um percentual insignificante apresentando dimensões superiores a 6,0 μ m.

Para o tempo mais longo de recozimento (10800s), a distribuição também se aproxima de uma normal, com a população em sua maioria composta de grãos ultrafinos com 69,0% do total apresentando dimensões inferiores a 3,0 μ m. O restante dos grãos passou por um processo discreto de crescimento, com uma parcela de apenas 5,5% com dimensões superiores a 6,0 μ m.

Para o aço Nb-Ti, o crescimento dos grãos de ferrita foi muito mais discreto se comparado ao aço C-Mn para a mesma temperatura de deformação. Durante o recozimento seu tamanho médio aumenta de 2,7 \pm 0,1 μ m após 600s de recozimento para 3,3 \pm 0,1 μ m após recozimento por 10800s, correspondendo a um crescimento percentual de aproximadamente 22,4%. A microestrutura das amostras após os tempos de recozimento curtos é pouco homogênea, compreendendo áreas de grãos alongados de ferrita deformados e subdivididos e áreas de grãos recristalizados equiaxiais, assim como algumas poucas regiões de martensita e de perlita. Foi constatada ao longo de todo processo a presença de precipitados de diferentes morfologias, especialmente nitretos de Ti, que não se dissolvem nas temperaturas aqui empregadas. Os carbonetos induzidos por deformação também trabalharam no sentido de restringir o crescimento de grão.

De forma geral, o processamento termomecânico empregado produziu um microestrutura inicialmente não homogênea que tem uma distribuição quase normal de tamanhos de grão da ferrita, como visto nas figuras 5.19-34. A diferença dimensional e morfológica apresentada pelos grãos de ferrita provém das condições diferenciadas de formação destes grãos. Alguns são equiaxiais, de dimensões reduzidas (ordem de 1 μ m) formados a partir de transformação induzida de deformação, recristalizados e, assim,

livres de deslocamentos. Outras possuem forma alongada, com defeitos provocados pela deformação imposta durante a torção, com dimensões que variam entre aproximadamente 3 e 6 μ m. A partir do resfriamento da austenita deformada e não deformada existem dois caminhos de formação para a ferrita no resfriamento. Esta nucleação da ferrita é antecipada do ponto de vista cinético pelo acúmulo de energia de deformação, que é nada mais nada menos que a imposição de defeitos nos reticulados cristalinos, que por sua vez elevam a energia livre de Gibbs nestas regiões, que ficam aptas a sofrer transformação para retornar à condição de equilíbrio termodinâmico.

Como duas fases coexistem tanto nas temperaturas de deformação quanto no recozimento intercrítico, pode-se concluir que regiões mais enriquecidas ou menos enriquecidas de carbono serão formadas. Outro fato importante é a segregação ou a existência de gradientes de composição química, principalmente de Mn. Este elemento, além de aumentar a temperabilidade, pode ocupar espaços nos interstícios do Fe, ou até mesmo provocar uma espécie de solução sólida intersticial expulsando algumas vezes o carbono para outras áreas.

5.8 A Formação do Constituinte MA - Microscopia Óptica - Ataque Le Pera

A temperabilidade elevada de algumas regiões (concentração de carbono), como observado por Cizec (1997), Mazancová (1997), Rodrigues (2001) e Cota (2004), pode ter ocasionado a formação do constituinte MA. Quando a austenita retida enriquecida de carbono é resfriada continuamente a uma temperatura abaixo da temperatura do começo da transformação da martensita (M_i), se transformará no constituinte MA.

Com aumento no tempo de recozimento a microestrutura em ambos os aços torna-se mais homogênea, mais grosseira e a fração volumétrica do constituinte do MA aumenta inicialmente até atingir valores máximos para tempos intermediários de recozimento, depois este percentual diminui na maior parte dos casos, observações semelhantes às do trabalho de Tese de Vieira (1999), como na afirmação de que a quantidade de austenita

(MA) retida aumenta com a temperatura de recozimento até atingir um máximo, depois ela decresce. O mesmo autor citou que a estrutura inicialmente martensítica possibilita uma maior fração volumétrica de austenita retida que os aços ferrita-perlita, especialmente nos tempos de recozimento intermediários (até 1800s).

Ao se comparar as duas temperaturas de têmpera empregadas, pode-se também afirmar que a austenita formada em altas temperaturas (1200°C) possui algumas diferenças com relação àquelas formadas em baixas temperaturas (900°C). O tempo para se atingir a homogeneização é menor, uma vez que a reação é controlada por difusão. Se ocorrer a formação de bainita o percentual de MA será ainda mais reduzido, de acordo com Matsumura et al.,1987.

O comportamento de formação do constituinte MA pode ser visto nas fotomicrografias em cores mostrados nas figuras 5.35-38, onde também são apresentados os resultados das medidas da fração volumétrica de MA em função do tempo de recozimento. As áreas claras representam o constituinte MA.

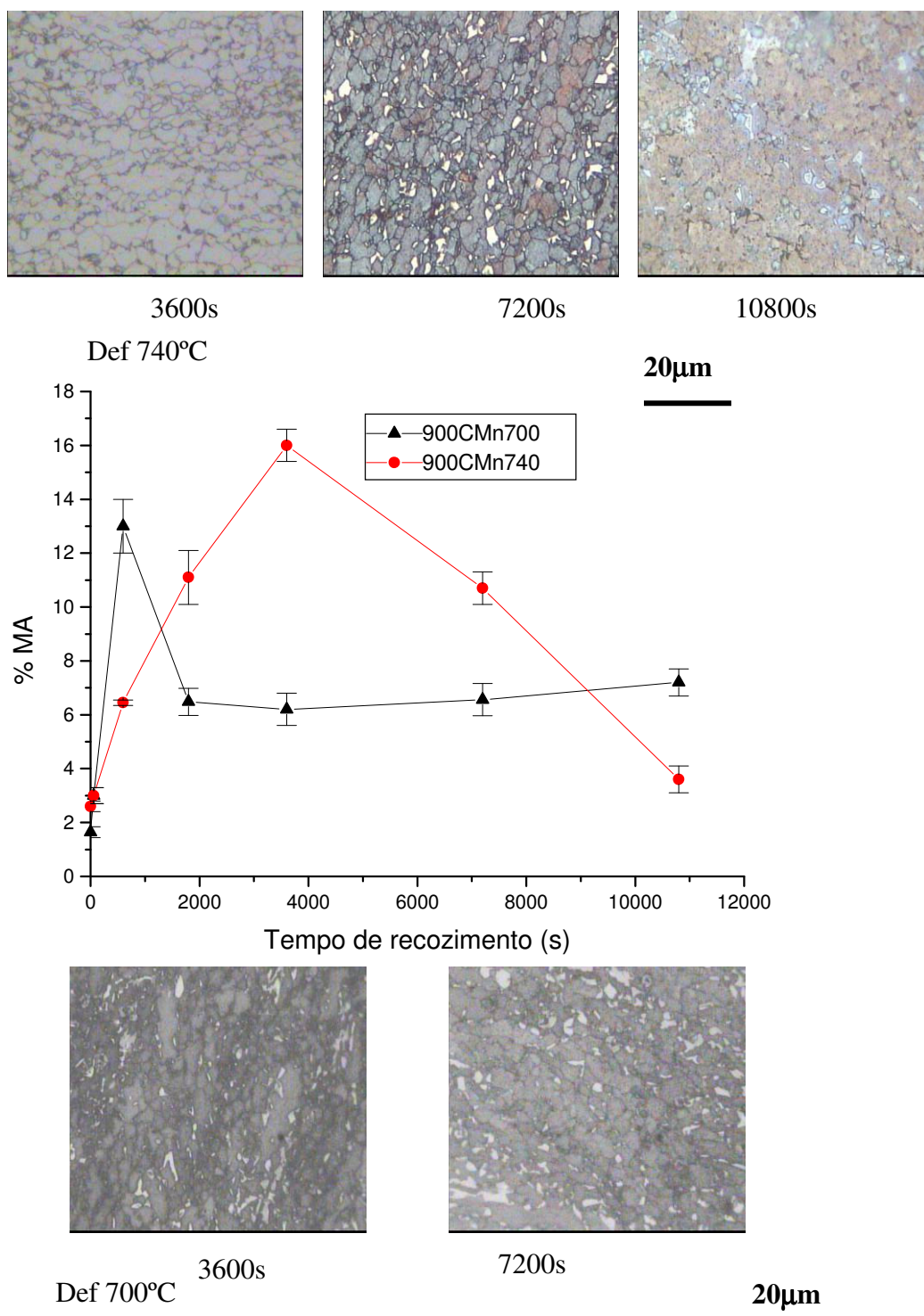


Figura 5.35 Fotomicrografias com ataque LePera e evolução percentual do constituinte MA em função do tempo de recozimento para amostras do aço C-Mn temperadas a partir de 900°C, para as duas temperaturas de deformação.

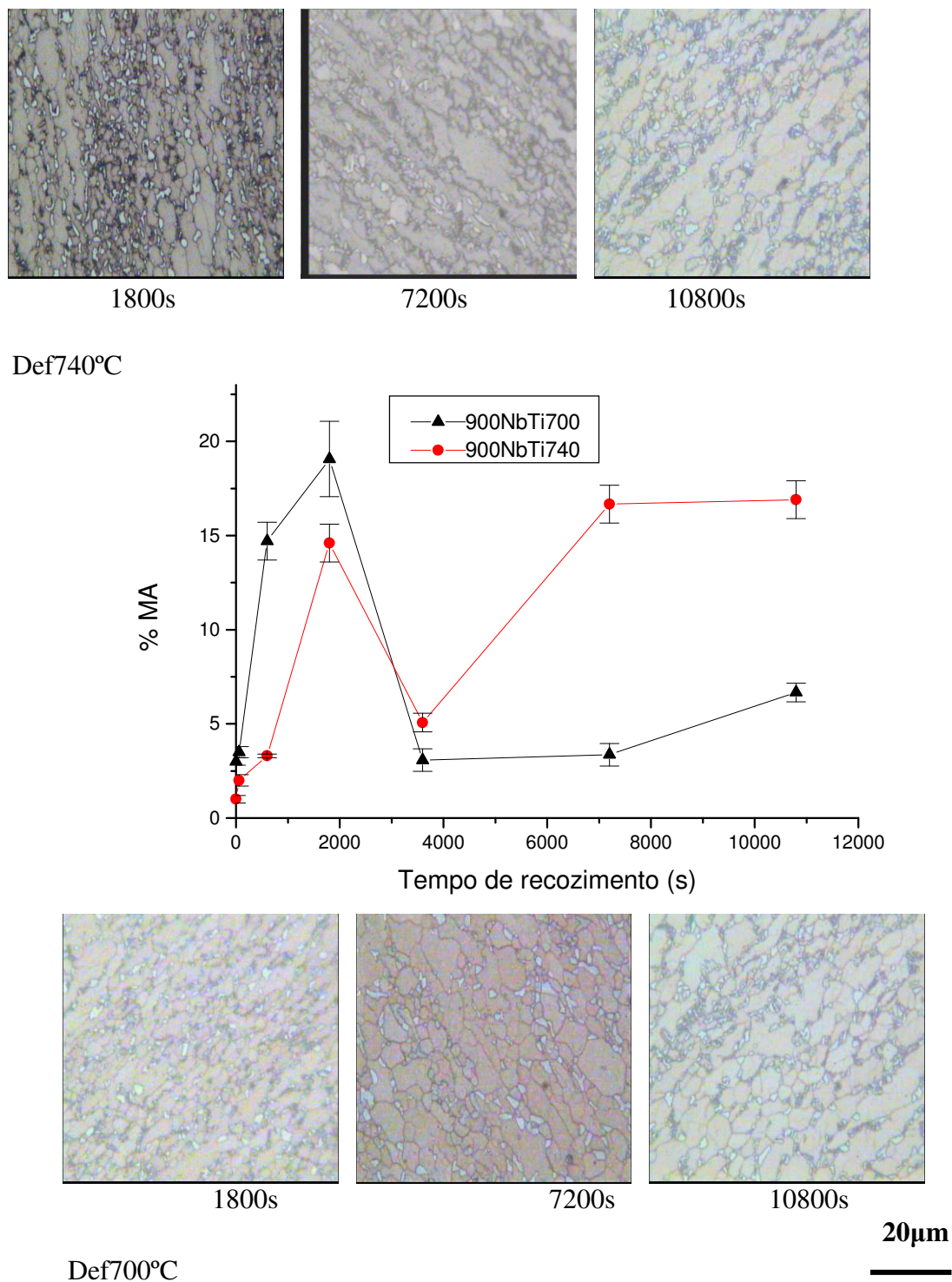


Figura 5.36 Fotomicrografias com ataque LePera e evolução percentual do constituinte MA em função do tempo de recozimento para amostras do aço NbTi temperadas a partir de 900°C, para as duas temperaturas de deformação.

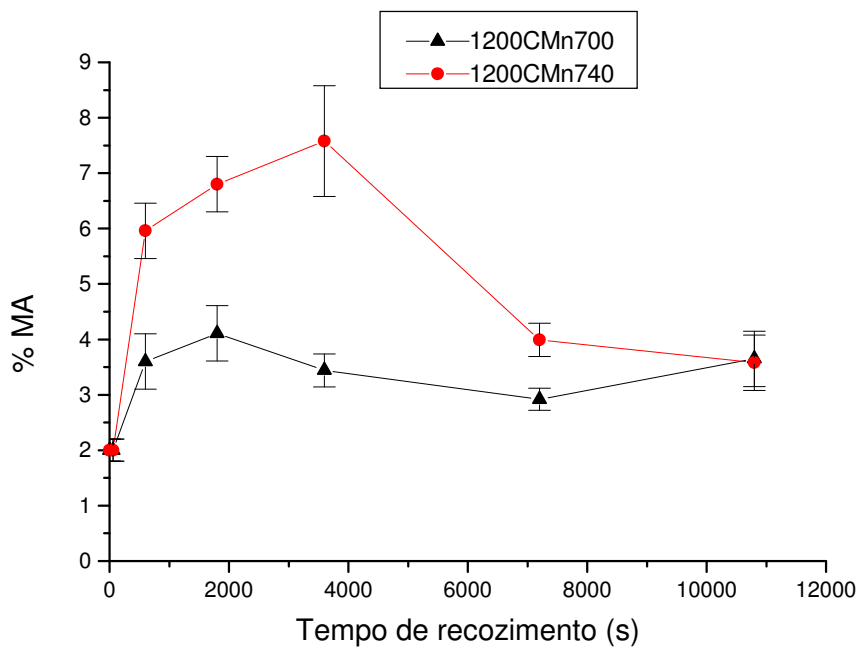
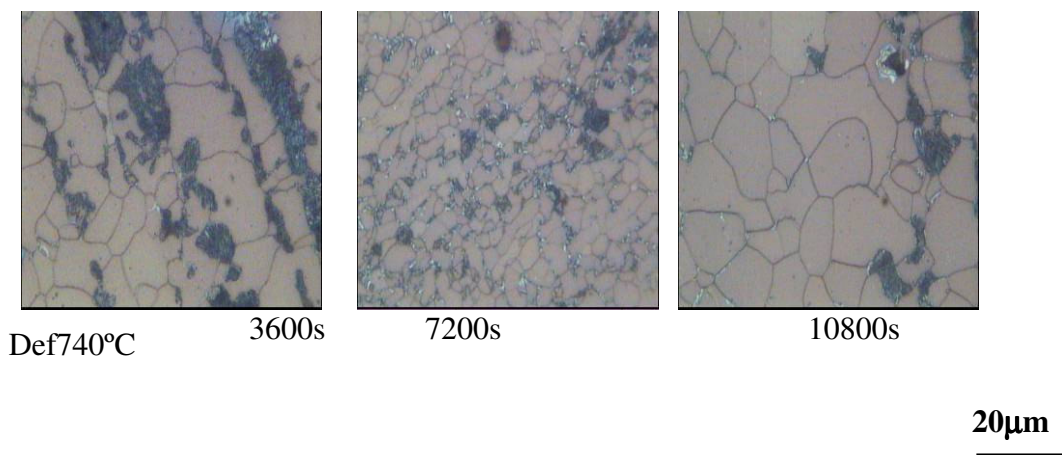


Figura 5.37 Fotomicrografias com ataque LePera e evolução percentual do constituinte MA em função do tempo de recozimento para amostras do aço C-Mn temperadas a partir de 1200°C, para as duas temperaturas de deformação.

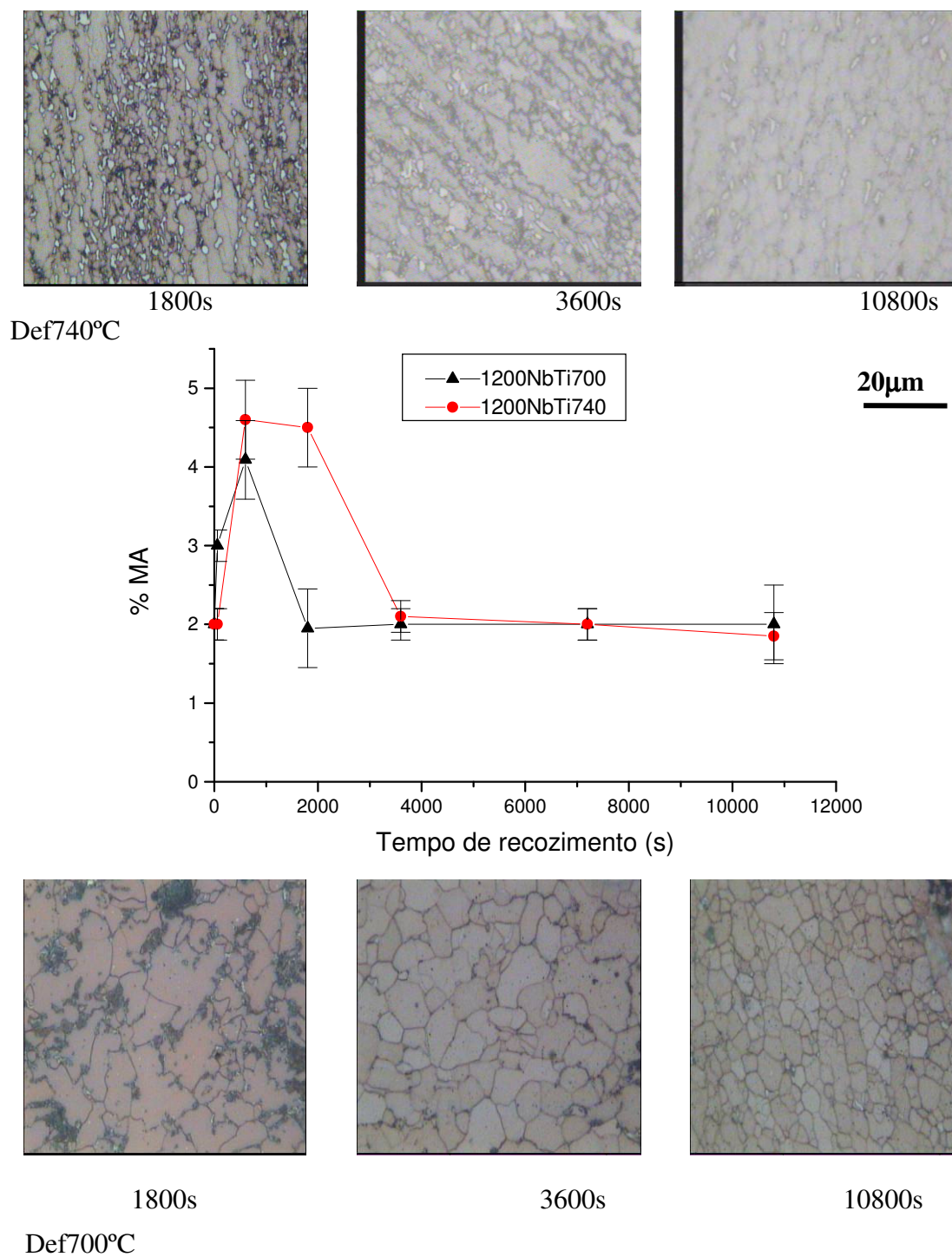


Figura 5.38 Fotomicrografias com ataque LePera e evolução percentual do constituinte MA em função do tempo de recozimento para amostras do aço Nb-Ti temperadas a partir de 1200°C, para as duas temperaturas de deformação.

5.9 - Microscopia de Força Atômica

O uso da microscopia de força atômica auxilia na identificação dos constituintes pelo aspecto da topografia, onde a ferrita, mais suscetível ao ataque com nital, sempre se apresenta num nível mais baixo de altura, além da não necessidade de vácuo e de tratamento especiais às amostras, de acordo com Ros-Yáñez (2001) e com boa resolução, como demonstram as figuras 5.39-43.

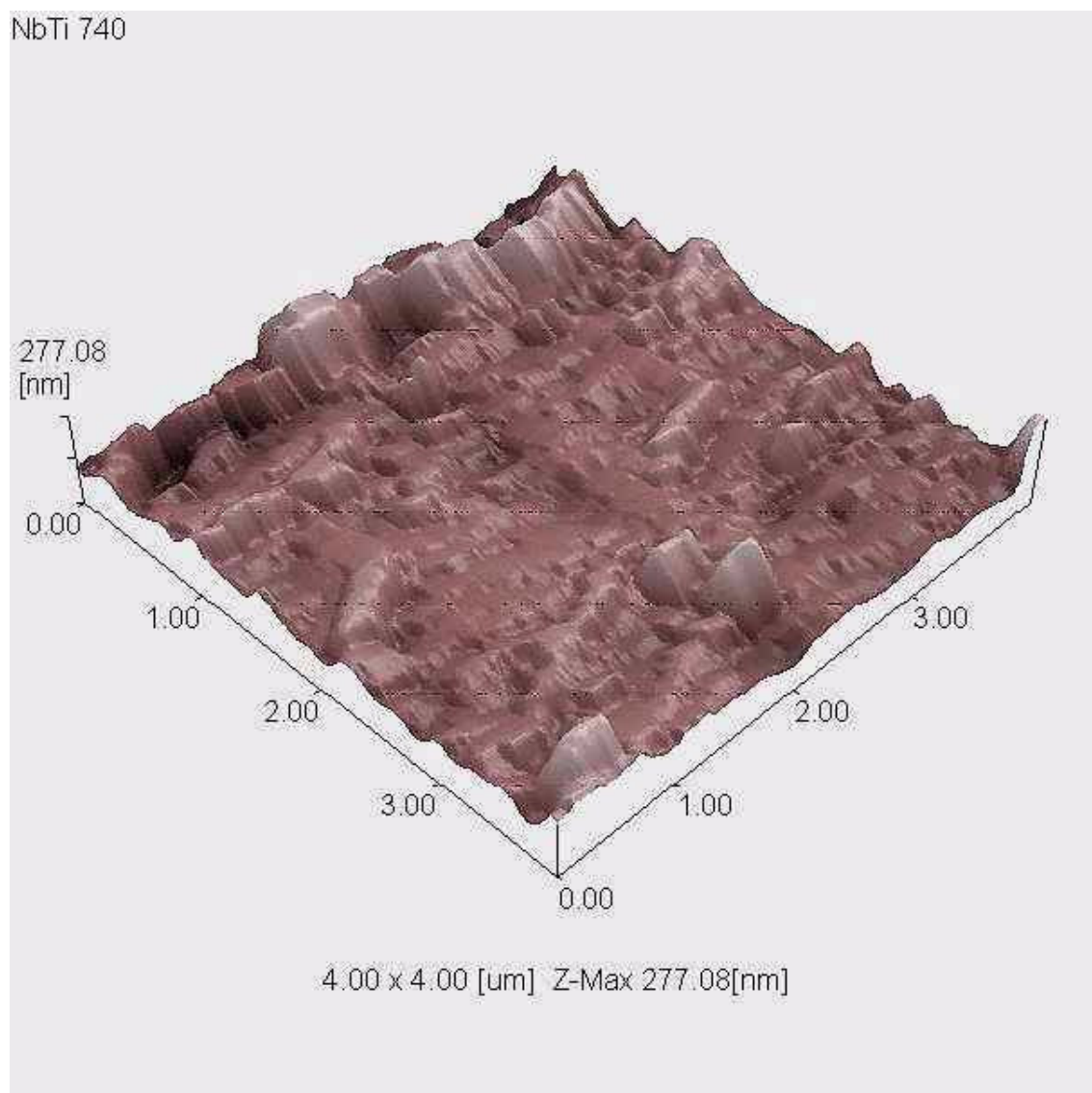


Figura 5.39 Fotomicrografia obtida por microscopia de força atômica de amostra de aço microligado ao Nb-Ti. Amostra deformada a 740°C após têmpera a partir de 900°C.

Em destaque na parte mais baixa do relevo os grãos poligonais ferríticos (parte escura) e sub-grãos de dimensão submicrométrica, como demonstra a escala. Os precipitados - carbonitreto de NbTi são de difícil visualização nesta resolução, pois tem dimensões nanométricas. O constituinte MA se apresenta disperso ao longo da subestrutura formada pós torção.

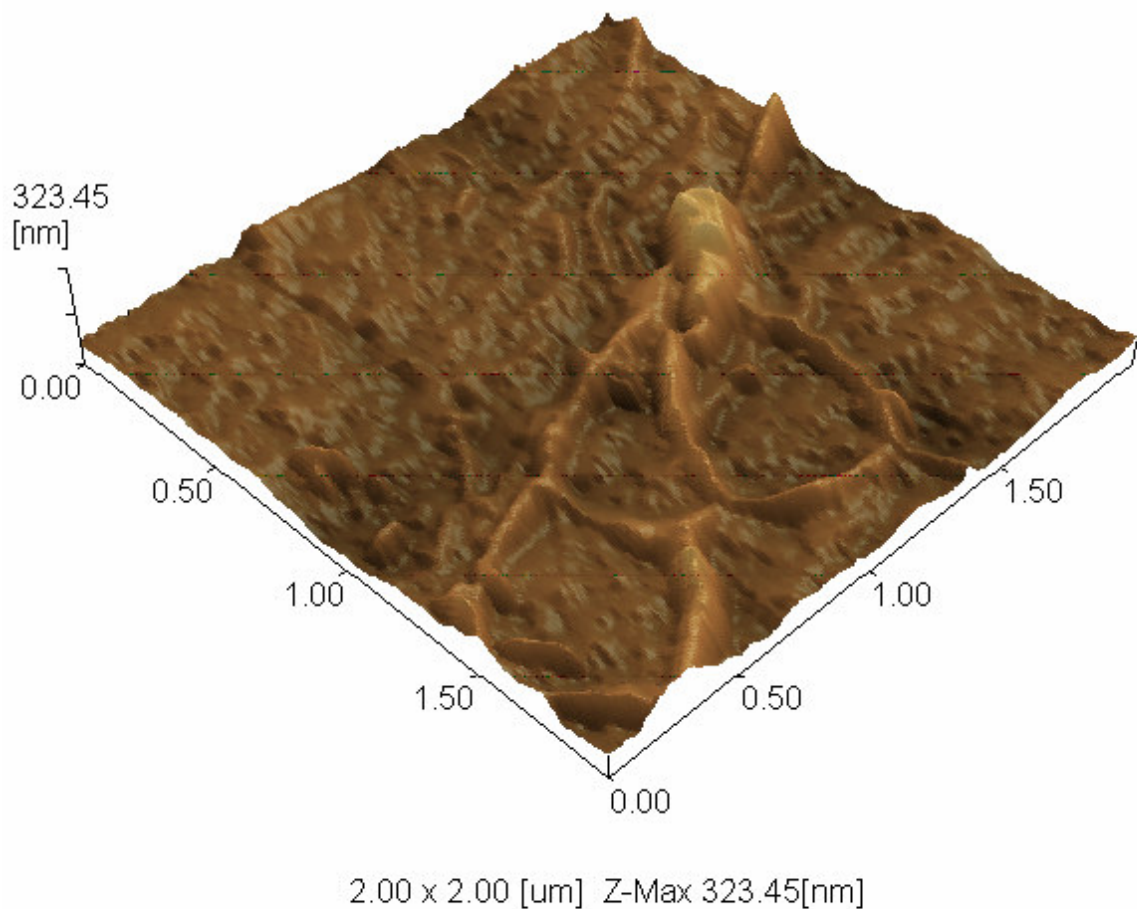


Figura 5.40 Fotomicrografia obtida por microscopia de força atômica de amostra de Nb-Ti deformada a 700°C após têmpera a partir de 900°C, seguida de recozimento por 60s a 800°C

Nota-se nitidamente a presença dos precipitados de cor mais clara nos contornos de grão da ferrita, baixo relevo (mais escuro).

Uma distribuição de tamanho de grãos quase bimodal (duas ordens distintas de tamanho) de grãos poligonais de ferrita equiaxiais está evidente. Na parte inferior da figura aparecem grãos da ordem de $0,5\mu\text{m}$ (ferrita velha) de formação induzida por deformação que tiveram seu crescimento limitado pela cementita de contorno de grão. Acima aparecem grãos da ordem de $2\mu\text{m}$. Em destaque num ponto tríplice o constituinte MA.

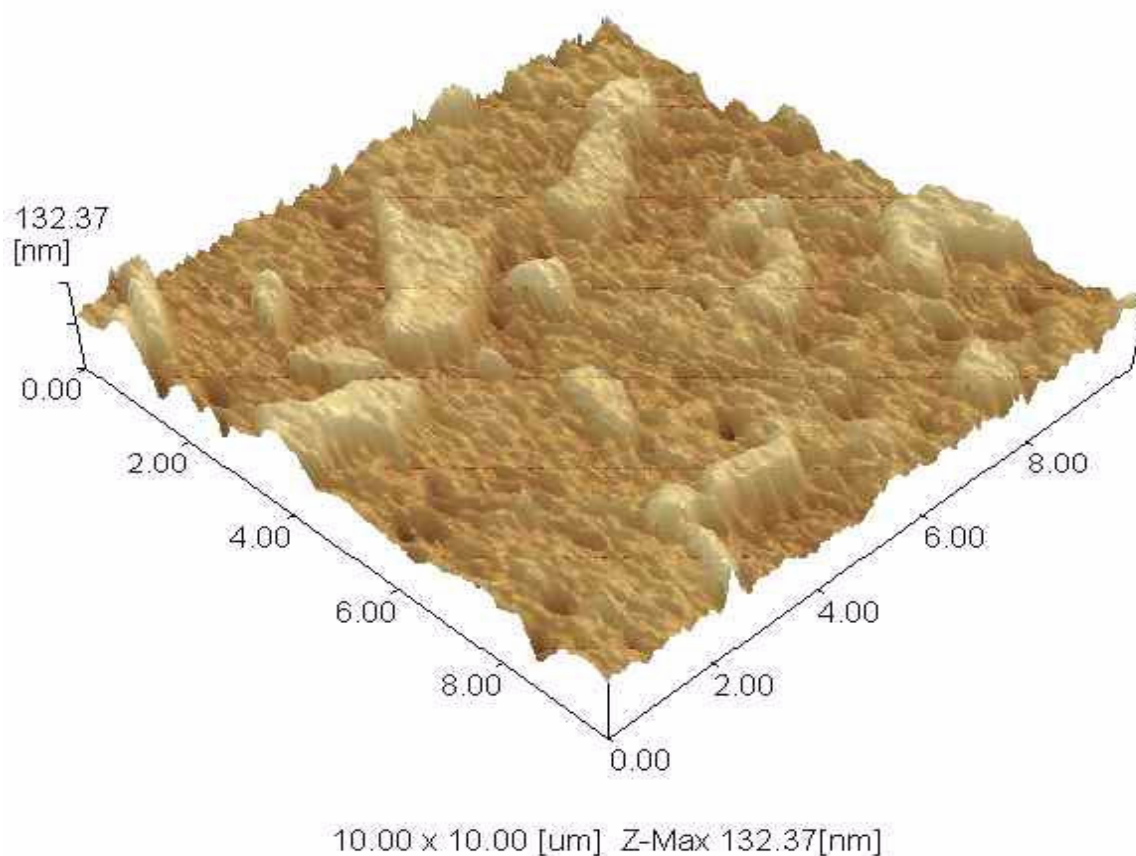


Figura 5.41 Fotomicrografia obtida por microscopia de força atômica de amostra do aço C-Mn deformada a 740°C após têmpera a partir de 900°C e posteriormente recozida por 10800s, com detalhamento da distribuição do constituinte MA (mais claros).

A ferrita, mais escura e mais baixa, apresenta rugosidade superficial em função do ataque com ácido nítrico. Os contornos de grãos ferríticos estão pouco visíveis. O constituinte MA se apresenta sob a forma de polígonos claros bem definidos.

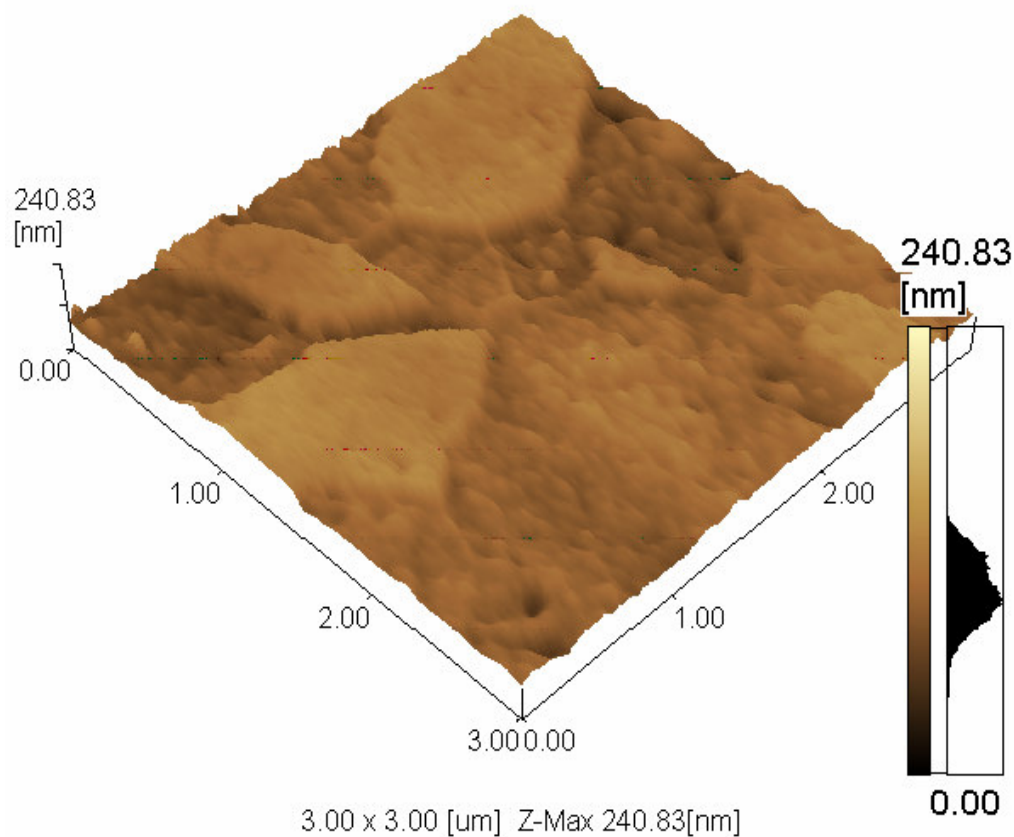


Figura 5.42 Fotomicrografia obtida por microscopia de força atômica de amostra do aço C-Mn deformada a 740°C após têmpera a partir de 900°C e posteriormente recozida por 10800s com detalhamento dimensional e topográfico do constituinte MA (mais claros).

A ferrita, mais escura e mais baixa, apresenta rugosidade superficial em função do ataque com nital. As dimensões do constituinte MA variam de 1-3μm, sendo alguns

poligonais com cerca de $1\mu\text{m}$ de aresta e outros mais alongados com cerca de $3\mu\text{m}$ de comprimento.

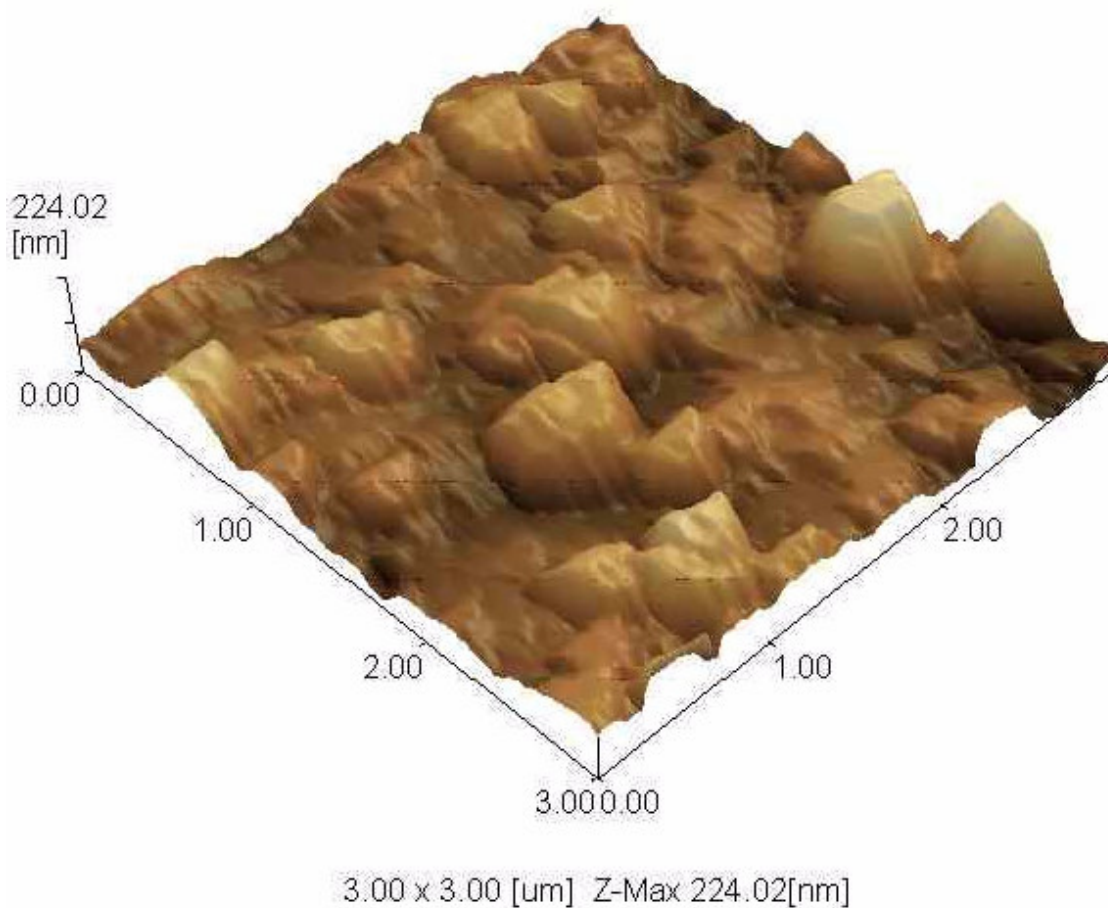


Figura 5.43 Fotomicrografia obtida por microscopia de força atômica de amostra do aço C-Mn deformada a 700°C após têmpera a partir de 900°C e posteriormente recozida por 7200s com detalhamento dimensional e de distribuição do constituinte MA (mais claros) na amostra.

A ferrita (marrom), mais escura e mais baixa, apresenta rugosidade superficial em função do ataque com nital. Como pode ser observado nas fotomicrografias obtida por outras exames e que abrangem uma área bem maior (óptica, MEV) o constituinte MA, de dimensões da ordem de 1 μ m, se encontra bem distribuído e alinhado no sentido das bandas de deformação.

5.10 - Os efeitos da adição dos microligantes

No estágio inicial de deformação, a ferrita se formou nos pontos tríplices, ao longo dos CG da austenita e a partir de uma certa deformação crítica, no interior dos grãos deformados no aço microligado ao Nb-Ti, com comportamento similar observado no aço de C-Mn. Com a continuidade da transformação, os grãos da ferrita e da austenita sofreram uma deformação adicional. No aço C-Mn, considera-se que os grãos ferríticos formados no estágio inicial foram ainda mais refinados pela deformação adicional, enquanto que no caso do microligado o refinamento também se pode se dar pela ação dos carbonitretos do tipo (Nb-Ti)CN.

A ocorrência de transformação induzida por deformação parece similar para os dois aços, mas inicialmente o tamanho de grão da ferrita no aço C-Mn é ligeiramente mais fino do que aquele no aço microligado ao Nb-Ti. A força motriz para a transformação pode ser reduzida pela precipitação dinâmica dos (Nb,Ti)C,N assim como pelo efeito de arraste do soluto, como observado no trabalho de Hong (2003). Mesmo antes da transformação, finos precipitados de TiN também podem controlar o tamanho de grão austenítico, justificando o fato de que o tamanho de grão austenítico prévio do aço microligado ao Nb-Ti apresentasse dimensões inferiores às do C-Mn, como apontado em outros estudos (Sage,1988; DeArdo 1988).

O efeito do Nb é reconhecidamente o mais importante sobre a transformação da austenita em ferrita e tem sido estudado por vários pesquisadores (Abe et al., 1985; Lee et al.,1990). Considera-se que o Nb em solução retarda a transformação da austenita em ferrita, devido a sua segregação no contorno de fase austenita-ferrita, reduz a cinética de crescimento do grão ferrítico, devido ao efeito de arraste de soluto, e então abaixa a

temperatura A_{r3} . Manohar et al. (1996) também verificaram o efeito do Nb em amostras não deformadas em diminuir a temperatura A_{r3} .

O papel dos precipitados de Nb sobre a transformação da austenita em ferrita em amostras deformadas pode ser analisado sob duas facetas: i) os precipitados na austenita podem acelerar a transformação da austenita em ferrita, pois agem com sítios potenciais para a nucleação da ferrita e elevam a temperatura A_{r3} ; ii) uma outra consequência da precipitação na austenita é que menos Nb ficará em solução, o que diminuiria a temperabilidade da austenita e promoveria a ocorrência da transformação da austenita/ferrita. Por outro lado, a precipitação de Nb(C,N) durante a transformação pode retardar o progresso da transformação (Manohar et al., 1996; Abe et al., 1985; Rees et al., 1994).

O efeito do Nb sobre a cinética de transformação também foi reportado por Manohar et al. (1996). Eles mostraram que, para amostras não deformadas, o aumento no teor de Nb no aço diminuiu ligeiramente o tempo de transformação da austenita em ferrita, ou seja, o Nb acelera um pouco a transformação da austenita em ferrita.

A temperatura de austenitização é um fator importante em aços microligados com Nb, pois a solubilidade do Nb na austenita é tanto maior quanto maior for a temperatura de austenitização, como mostra a tabela V.2. A partir desta tabela, efetuando uma regressão simples, pode-se prever o percentual de 73% de Nb solúvel para a outra temperatura de austenitização utilizada neste trabalho, 1200°C, concluindo que um percentual de cerca de 27% apenas estará sob a forma de precipitados.

Tabela V.2 Quantidade de Nb em solução na austenita em função da temperatura

Temperatura (°C)	% de Nb solúvel
900	4,3
1000	12,4
1100	30,2
1262	100

Por outro lado, para a temperatura de austenitização de 900⁰C, aproximadamente 4,3% de Nb estará em solução, o que indica que 95,7% de Nb estará na forma de precipitados.

5.11 Comparação entre as duas temperaturas de austenitização empregadas

5.11.1 - Tamanho de grão prévio austenita - têmpera a partir de 900°C

A distribuição de grãos de ferrita é muito mais homogênea se comparada com a austenita grosseira. Segundo Bengochea (1999), a quantidade de defeitos intragranulares presentes aumenta com o crescimento do TG austenítico.

A austenita normalmente se transforma estaticamente em ferrita e perlita, ou ferrita e bainita de acordo com as temperaturas e taxas de resfriamento empregadas, enquanto que as ilhas menores de austenita retida (depois da transformação dinâmica em ferrita induzida por deformação) podem se transformar em ferrita fina e cementita. Estas partículas finas de cementita precipitadas ao longo dos CG da ferrita podem suprimir o crescimento da ferrita durante o recozimento e no tempo posterior de resfriamento. Se o tamanho de grão austenítico prévio é pequeno, como neste caso, então as dimensões das ilhas de austenita também são pequenas, o que favorece sobremaneira a formação de ferrita ultrafina induzida por deformação.

Para o tamanho de grão prévio mais fino de austenita, a microestrutura foi muito mais uniforme do que para o tamanho de grão inicial grosseiro, embora houvesse mais contornos na microestrutura.

Microestruturas finais consistindo de grãos de ferrita equiaxiais, constituinte MA, bainita granular, colônias de perlita e carbonetos muito finos para ambos os tamanhos de grão prévios do austenita foram constatadas. As partículas de carbonetos (tipicamente 0,05-0,2 μ m em diâmetro) foram encontradas em contornos de grão de ferrita e em junções triplas (Fig.5.13).

5.11.2 - Tamanho de grão austenítico prévio- têmpera a partir de 1200°C

Como a área dos grãos de austenita é praticamente duas vezes maior (relação de tamanho de grão austenítico prévio de 20-12 μ m para o aço C-Mn e 15-7,8 μ m para o Nb-Ti) a ferrita induzida por deformação nucleia-se nos contornos de grão prévios da austenita em um estágio adiantado da deformação. Quando a deformação atinge um certo valor crítico, começa a transformação induzida por deformação. A partir de valores de deformação mais elevados grãos intragranulares de ferrita começaram a nuclear nos interiores dos grão de austenita prévios e os contornos de grão prévios de austenita foram preenchidos completamente por grãos de ferrita induzida por deformação. Além disso, a fração volumétrica de ferrita intragranular aumenta gradualmente com um aumento na deformação.

Há também uma diferença visível da distribuição na densidade de nucleação de grãos de ferrita em grãos diferentes da fase matriz (austenita). A morfologia desta ferrita é poligonal e o tamanho de grão médio da ferrita mudou ligeiramente com as diferentes temperaturas de deformação.

5.11.3 A transformação dinâmica em ferrita induzida por deformação

À medida em que a deformação é aplicada, um primeiro estágio de nucleação de ferrita ocorre nos contornos de grão prévios da austenita para ambos os tamanhos de grão. Isto também ocorre para a transformação estática. Para ambos os tamanhos de grão prévios de austenita, a transformação dinâmica em ferrita induzida por deformação ocorre nestes locais com o aumento da deformação. Entretanto, há uma diferença significativa na distribuição dos locais de nucleação intragranulares de ferrita para os diferentes tamanhos de grão de austenita, conduzindo à evolução diferente na formação da ferrita induzida por deformação.

Para o grão mais fino de austenita, a distribuição de sítios para nucleação de ferrita foi mais homogênea. Entretanto, os arranjos de ferrita estavam principalmente presentes na vizinhança dos contornos de grão mais grossos da austenita. Em seguida, camadas

adicionais de ferrita se formaram ao longo daquela inicialmente nucleada nos contornos de grão.

A distribuição não homogênea da deformação pode ser a razão principal para a formação de camadas de ferrita na vizinhança dos contornos de grão prévios da austenita. Este raciocínio pode ser extrapolado para este trabalho, uma vez que a deformação por torção é inerentemente não homogênea.

Considerando a existência de um gradiente de resistências mecânicas entre fases, a deformação será mais concentrada na fase ferrítica do que na austenita durante a torção, porque a ferrita é mais macia do que a austenita. Conseqüentemente, a possibilidade de recristalização dinâmica de ferrita deve ser considerada.

A densidade aparente de nucleação (isto é o número de grãos por milímetro quadrado) aumenta com o acréscimo na deformação. Espera-se que a deformação a 700°C ative um número maior de sítios para nucleação. Devido às restrições impostas pelos esforços de torção, o tamanho de grão médio da ferrita sofre pouca alteração durante a deformação. Isto pode sugerir que o crescimento normal de grãos de ferrita induzida por deformação foram insignificantes durante a deformação, de modo que o tamanho de grão médio da ferrita permaneça pouco alterado. Alternativamente, o crescimento é neutralizado pela introdução contínua de grãos novos mais finos.

Pode-se esperar que houvesse mais concentração de tensão perto dos contornos de grão prévios da austenita, particularmente para a austenita grosseira. Entretanto, é possível que a transformação rápida perto dos contornos prévios da austenita conduza à rejeição do carbono. A existência de uma região enriquecida em carbono perto dos contornos prévios da austenita poderia suprimir a transformação até que em dado momento o carbono possa difundir, ou mais energia seja fornecida para a transformação sob a forma de deformação.

A distribuição da deformação e a densidade total de deslocações serão mais uniformes com uma diminuição no tamanho de grão prévio da austenita, tendo por resultado uma distribuição mais uniforme da ferrita induzida por deformação.

Vários investigadores que produzem microestrutura de ferrita ultrafina através da transformação induzida por deformação dinâmica (Hurley, 1999; Kelly, 2000; Choo, Choi, 2001; Hong, 2003; Beladi, 2004) acreditam que os carbonetos desempenham um papel importante em controlar o comportamento do crescimento de grãos desta ferrita em um estágio adiantado da transformação. É sabido que a dispersão fina dos carbonetos pode retardar o movimento da interface de ferrita/austenita. A caracterização microestrutural mostrou que há presença significativa de carbonetos para ambos os tamanhos de grão prévios de austenita. Enquanto que o crescimento ocorre principalmente em estágios mais adiantados da transformação, a ausência de precipitados finos de Fe_3C sugere uma influência significativa no crescimento final.

5.11 – Análise térmica

As temperaturas de transformação no resfriamento foram avaliadas através da derivação das curvas de temperatura x tempo. Os pontos de deflexão representam a ocorrência das transformações de fase, como demonstram as figuras 5.44-47

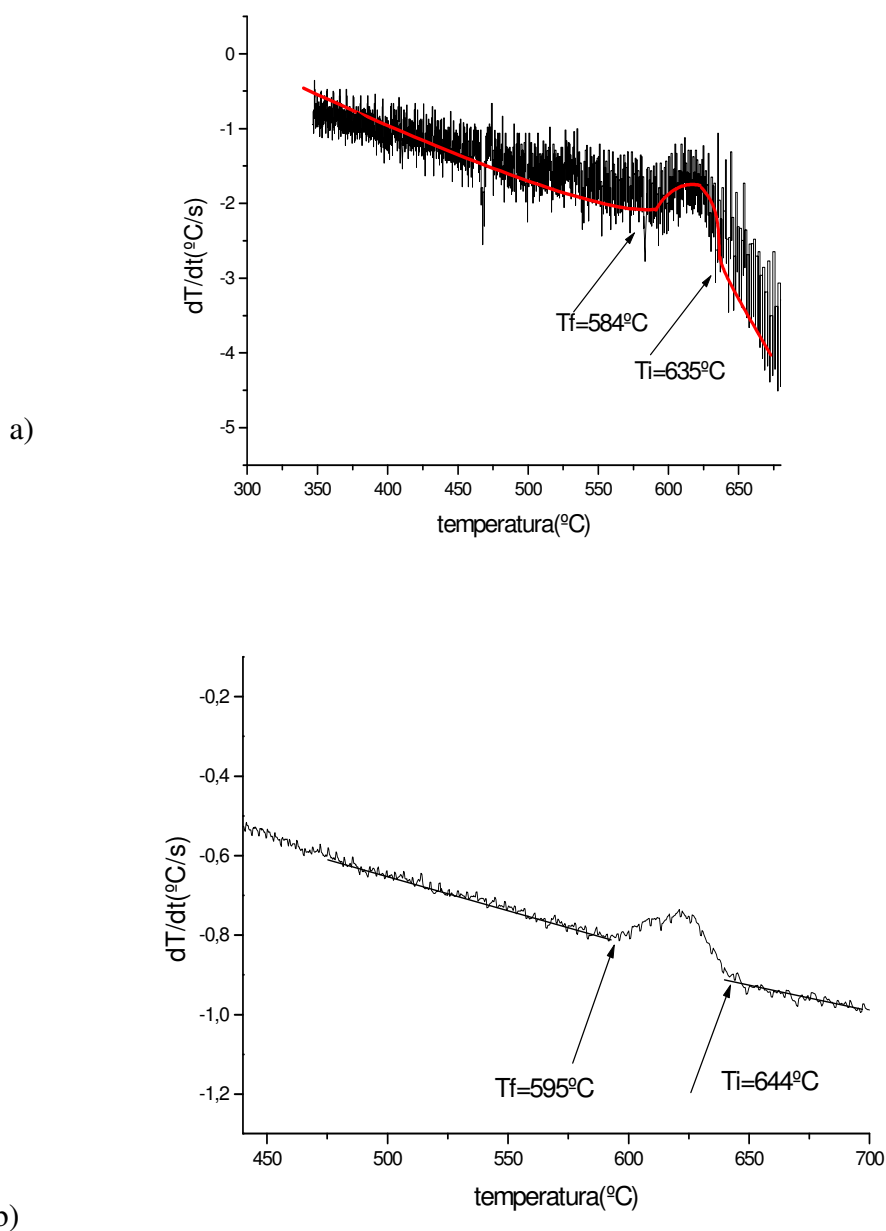


Figura 5.44 Derivação das curvas de temperatura x tempo no resfriamento para o aço C-Mn temperado a partir de 900°C e deformado nas duas temperaturas. Ti=temperatura de início de transformação e Tf=Temperatura final de transformação.

Em função do excesso de ruído na curva resultante, uma curva em vermelho foi traçada para facilitar a visualização.

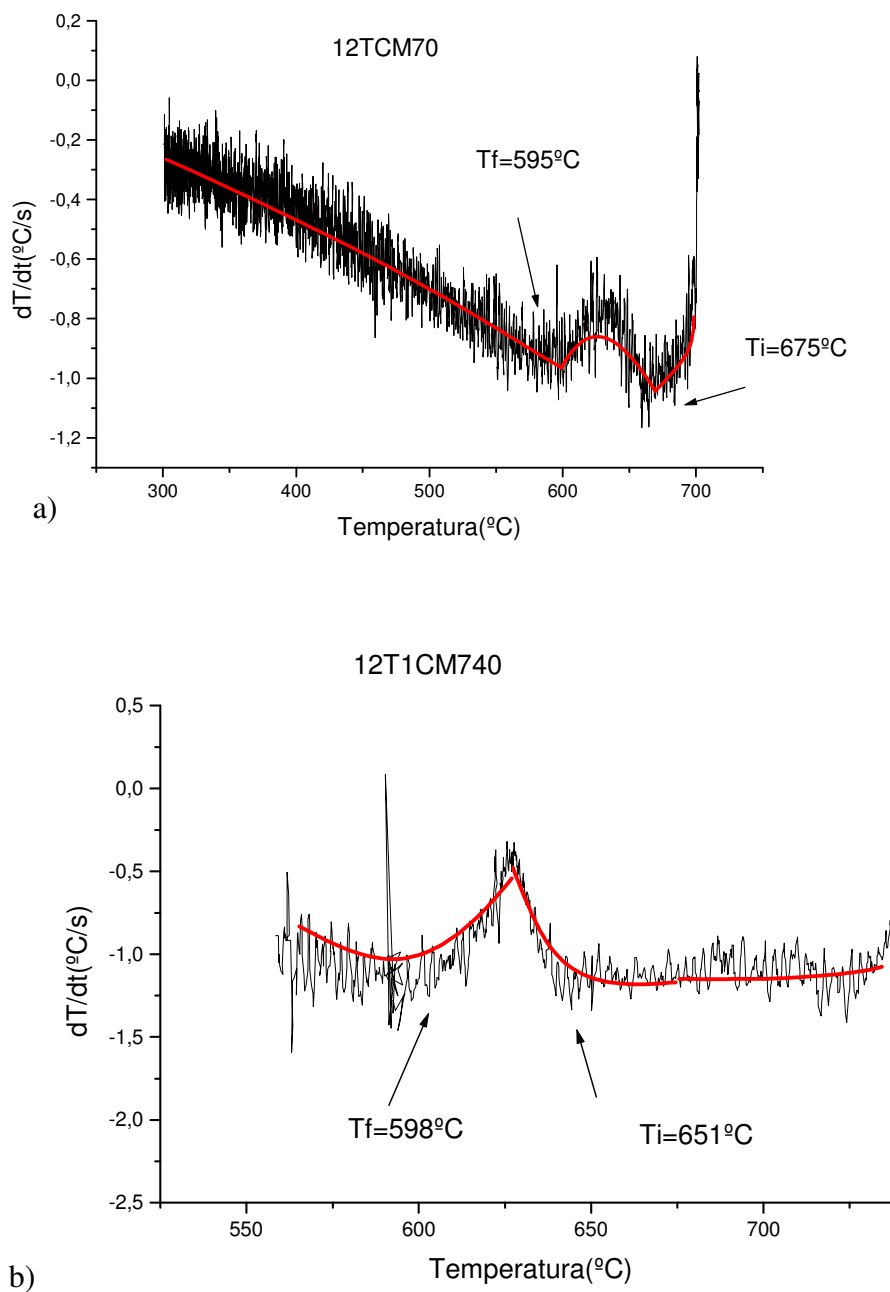
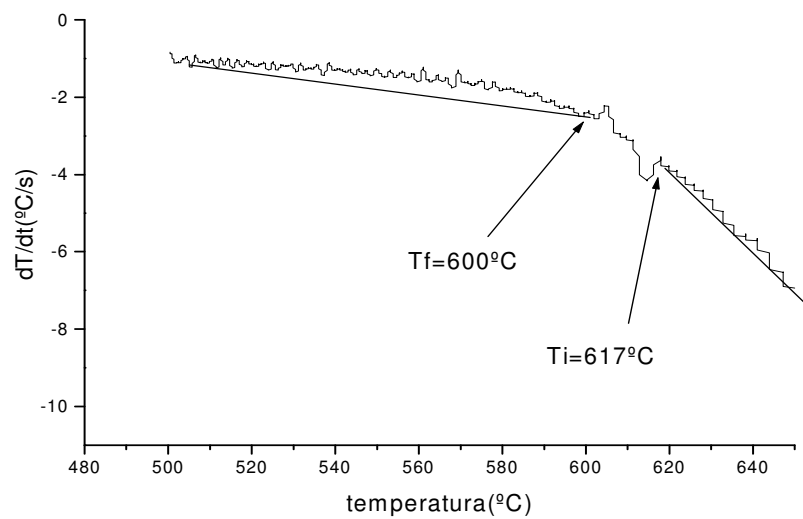
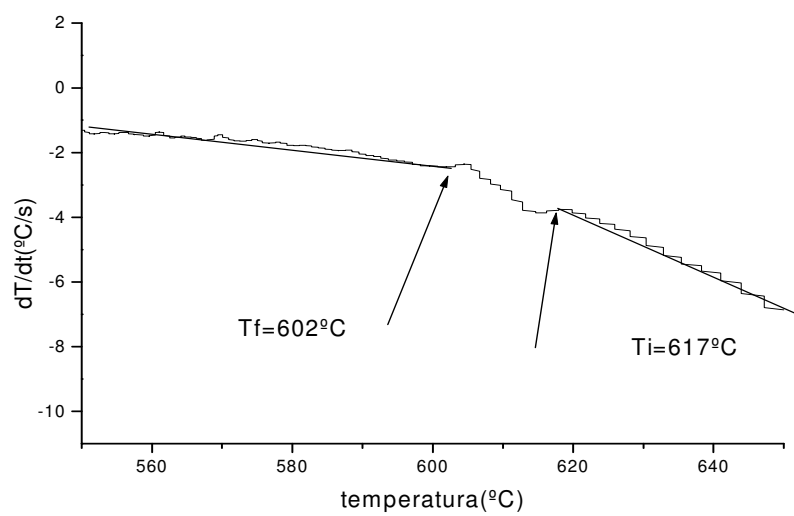


Figura 5.45 Derivação das curvas de temperatura x tempo no resfriamento para o aço C-Mn temperado a partir de 1200°C e deformado nas duas temperaturas. T_i =temperatura de início de transformação e T_f =Temperatura final de transformação.

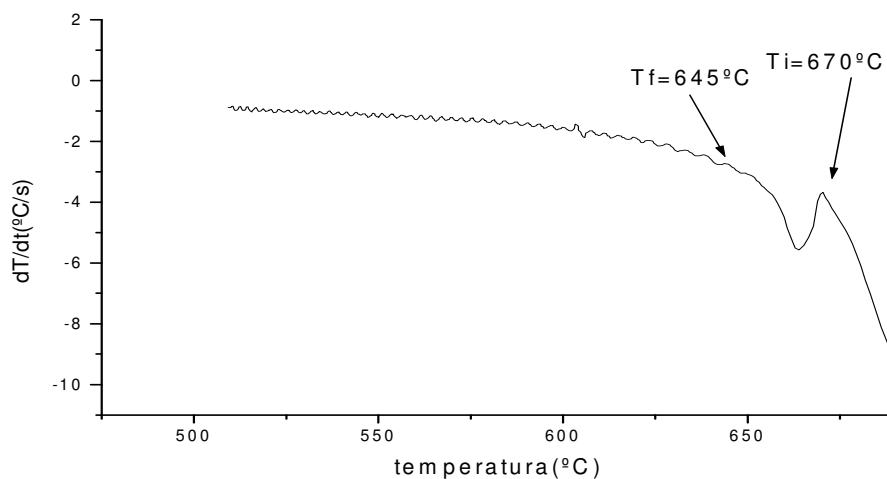


a)

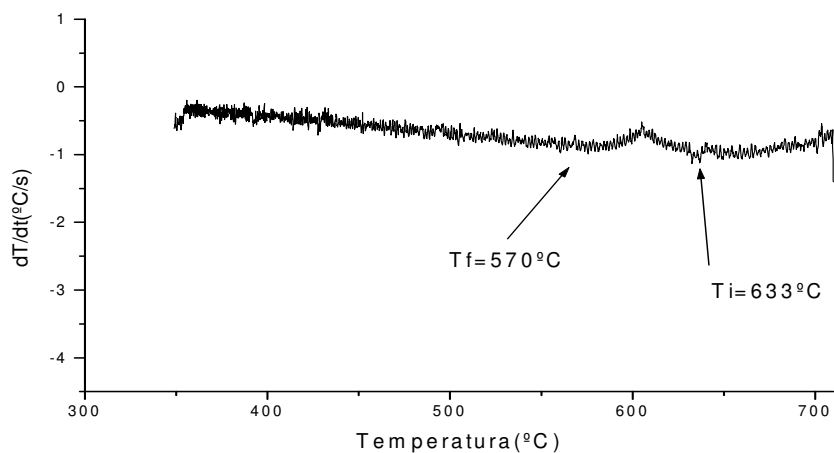


b)

Figura 5.46 Derivação das curvas de temperatura x tempo no resfriamento para o aço Nb-Ti temperado a partir de 900°C e deformado nas duas temperaturas. T_i =temperatura de início de transformação e T_f =Temperatura final de transformação.



a)



b)

Figura 5.47 Derivação das curvas de temperatura x tempo no resfriamento para o aço Nb-Ti temperado a partir de 1200°C e deformado nas duas temperaturas. T_i =temperatura de início de transformação e T_f =Temperatura final de transformação.

De forma geral, observa-se uma variação nas temperaturas de transformação T_i e T_f na faixa de 675-570°C, obtidas a partir da derivação das curvas de resfriamento, como apresentado na figura 5. Estes valores são consideravelmente inferiores aos valores calculados pela expressão de Ouchi (752°C para o aço C-Mn e 763°C para o aço microligado ao Nb-Ti), pois devem se tratar na verdade da formação de bainita e nesta não são considerados os efeitos da deformação, apenas da composição química.

A faixa de valores destas temperaturas é compatível com os encontrados por Cota (1998). Outra observação importante é o fato das temperaturas de início e fim da transformação no resfriamento terem sofrido uma elevação com o aumento da temperatura de austenitização anteriormente à t \acute{e} mpera inicial. Isso deve acontecer em função da variação da temperatura de formação de bainita com o tamanho de grão austenítico prévio.

Além disso, o encruamento das amostras certamente afeta as temperaturas de transformação, assim como as diferentes taxas de resfriamento, fornecendo uma força motriz para estas transformações, como afirmado por Hong (2000).

5.13 - Efeitos da taxa de resfriamento

Com taxas de resfriamento bem baixas, da ordem de 0,03°C/s, a microestrutura composta de ferrita e perlita pode conter uma densidade de deslocações livres praticamente nula (átomos de carbono e nitrogênio podem aprisionar as deslocações livres presentes na ferrita), sendo a densidade total de deslocações muito baixa. Neste trabalho, as amostras austenitizadas a 1200°C foram resfriadas com uma taxa de 0,1°C/s. No caso das amostras temperadas a partir de 900°C, a taxa foi de 1,5°C/s. Para as amostras resfriadas após a torção e que não passaram pelo recozimento, a taxa empregada foi de 1°C/s, soprado com argônio.

Segundo Cota (1998) e Rodrigues (1998), que estudaram amplamente os efeitos das taxas de resfriamento na microestrutura e propriedades de aços microligados semelhantes aos deste trabalho, ao ser formado em taxas de resfriamento mais elevadas (1,3 a 11°C/s), o constituinte MA pode gerar uma alta densidade de deslocações móveis na ferrita. Isto pode ter contribuído para o aumento da densidade de deslocações livres e na densidade total de deslocações, promovendo a formação de células com paredes contendo emaranhados de deslocações (Fig. 5.13b).

5.14 Propriedades Mecânicas

5.14.1 - Microdureza em função do tamanho de grão ferrítico

De forma geral, a dureza é resultante do somatório ponderado das contribuições individuais dos constituintes, a saber:

- A dureza intrínseca da ferrita (maior parte, que por sua vez é função do TG^{-0,5});
- O constituinte MA, proporcional ao produto entre suas dimensões médias, sua fração e distribuição volumétrica;
- Os constituintes adicionais, denominados a partir de agora como constituinte escuro (CE), como precipitados (carbonetos, nitretos) e bainita granular, contribuindo também de forma proporcional ao produto entre suas dimensões médias, sua fração volumétrica e distribuição ao longo da microestrutura.

Segundo Dieter (1961), o efeito do TG é maior nos estágios iniciais da deformação, pois os CG agem como barreiras ao movimento das deslocamentos. Sendo assim, sua maior influência se dará no LE (relação de Hall-Petch, Dieter 1981). Para os estágios finais da deformação, o LR é controlado pelas interações complexas das deslocamentos que ocorrem dentro dos grãos, sendo o TG um pouco menos influente.

Como esperado, de forma geral o valor do tamanho de grão contribuiu inversamente com o valor da dureza. Entre o primeiro e o último tempo de recozimento, observou-se um acréscimo no tamanho de grão ferrítico e uma diminuição na dureza.

Considerando apenas a temperatura de austenitização, para as amostras deformadas após têmpera a 900°C, os valores das durezas oscilaram entre 175 e 218HV para um tamanho de grão ferrítico médio entre 1,99 e 4,3µm, enquanto que para aquelas austenitizadas à temperatura mais alta (1200°C), oscilaram entre 138 e 181HV, para um tamanho de grão ferrítico médio entre 2,7 e 6,2µm. Ao longo do tempo de recozimento, observa-se uma tendência do tamanho do grão ferrítico crescer continuamente, ainda que de forma discreta em alguns casos e de forma mais consistente em outros. Observa-se nos resultados de microdureza uma oscilação dos valores entre tempos variados.

Apesar de os valores de microdureza oscilarem, há uma tendência de queda. Nos tempos mais curtos de recozimento ou nas amostras não recozidas, as partículas estiveram finamente dispersas, permitindo que o efeito de endurecimento pudesse se tornar mais efetivo. A fim de se estabelecer uma comparação com dados da literatura, as figs.5.48-49 apresentam o comportamento de microdureza comparado com a equação de Priestner et al.(2000):

$$HV = 130 + 3,25 d^{-1/2} \quad (5)$$

Onde d = tamanho médio de grão ferrítico

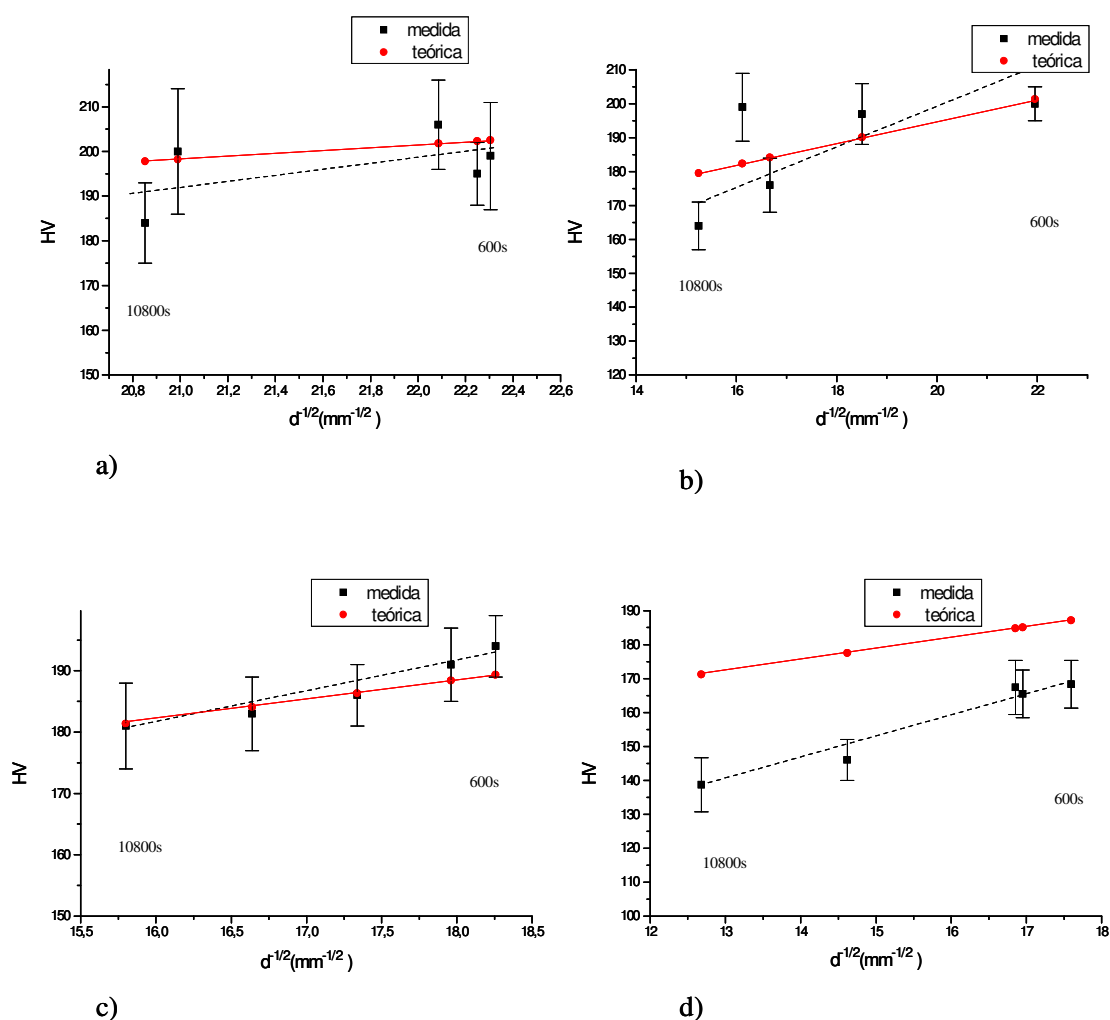


Figura 5.48 Microdureza(HV) em função do $TG^{(-1/2)}$ ao longo do tempo de recozimento-Austenitização a 900°C - a) C-Mn deformado a 700°C, b) C-Mn deformado a 740°C c) Nb-Ti deformado a 700°C, d) Nb-Ti deformado a 740°C

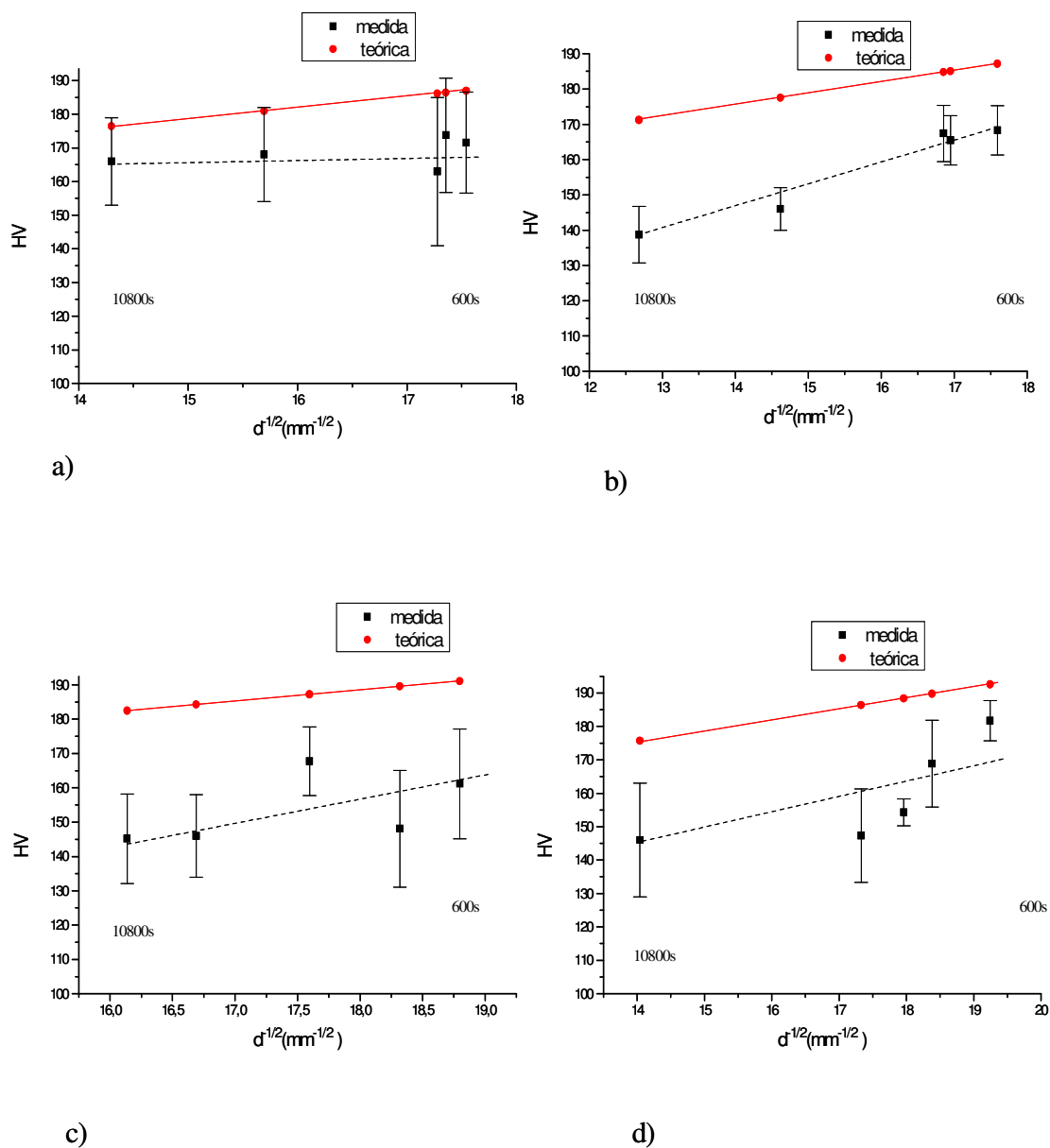


Figura 5.49 Microdureza (HV) em função do $TG^{(-1/2)}$ ao longo do tempo de recozimento-Austenitização a 1200°C – a) C-Mn deformado a 700°C, b) C-Mn deformado a 740°C c) Nb-Ti deformado a 700°C, d) Nb-Ti deformado a 740°C

Para as amostras temperadas a partir de 900°C, os valores teóricos de microdureza no início em todas as situações para o dois aços são ligeiramente menores que os medidos (Fig.5.48), enquanto que ao longo do tempo de recozimento essa tendência se torna inversa, pela aniquilação dos defeitos provenientes da deformação por torção existentes na microestrutura inicial. A equação não leva em consideração os percentuais dos outros constituintes nem o estado de encruamento, é apenas baseada no tamanho de grão ferrítico. As partículas do constituinte MA, grandes e duras, podem dificultar a deformação plástica, concorrendo para o aumento no encruamento do aço. Além disso, se as partículas estiverem finamente dispersas o efeito de endurecimento pode tornar-se mais efetivo, com nas situações de não recozidas e recozidas por tempos curtos, isto é, até 600s.

O tamanho de grão austenítico prévio demonstrou exercer influência muito significativa sobre a homogeneidade da microestrutura e das propriedades mecânicas finais, como também apontado por Beladi (2004). Para as amostras temperadas a partir de 1200°C, os valores de microdureza são sistematicamente mais baixos e diferem substancialmente entre aqueles obtidos através da equação usada e os medidos; ainda que as rotas de processamento sejam semelhantes e a condição inicial seja martensítica, os tamanhos de grão austenítico prévios são bem maiores (20 / 11,8 μ m para o aço C-Mn e 15 / 7,8 μ m para o aço Nb-Ti).

As figuras 5.50-51 apresentam as variações dos valores da microdureza e dos tamanhos médios de grãos ferríticos ao longo do recozimento para as várias situações estudadas.

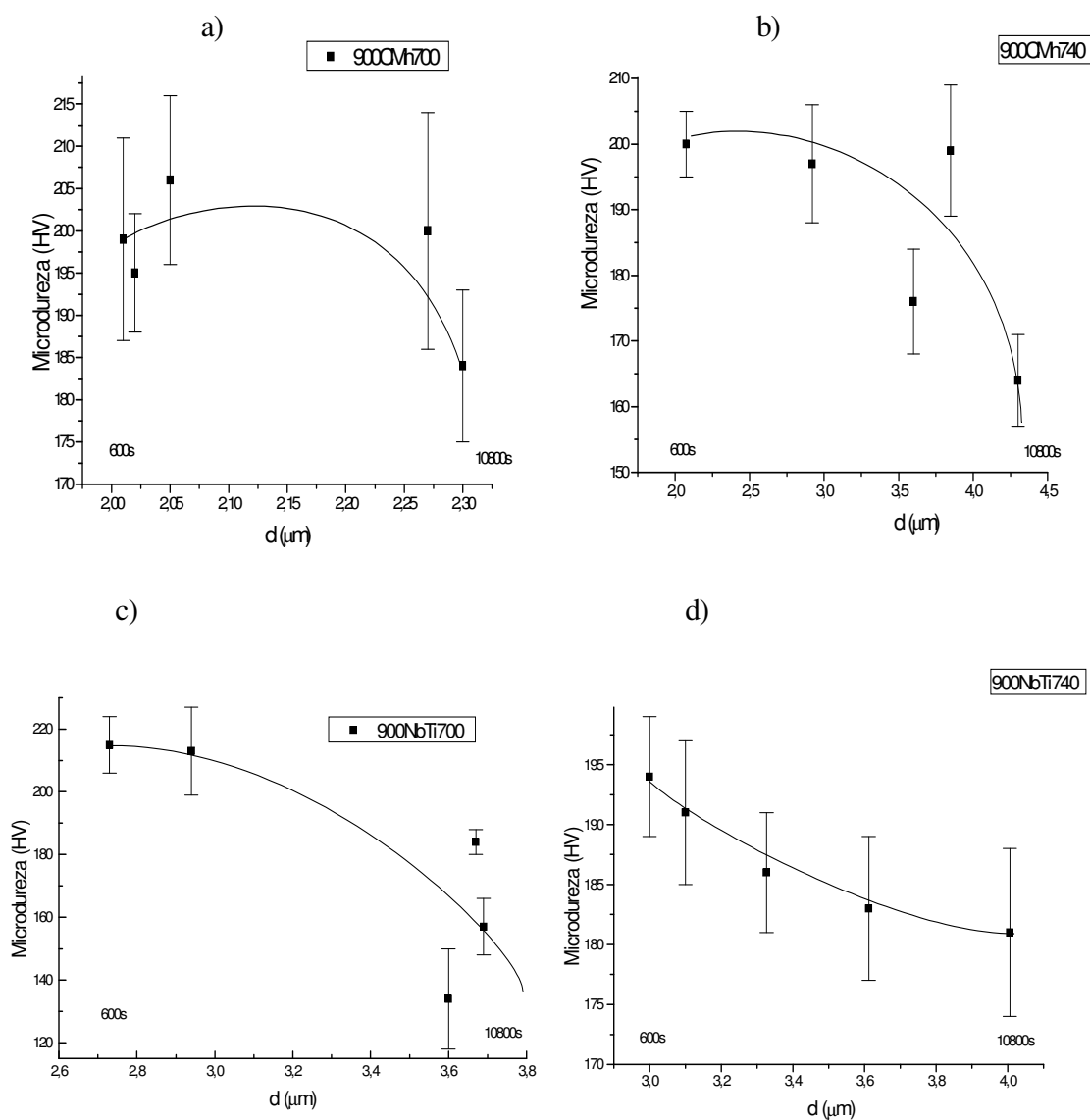


Figura 5.50 Microdureza (HV) em função do tamanho de grão ferrítico médio – d (μm) ao longo do tempo de recozimento- Austenitização a 900°C ; a) Aço C-Mn deformado a 700°C , b) Aço C-Mn deformado a 740°C , c) Aço Nb-Ti deformado a 700°C e d) Aço Nb-Ti deformado a 740°C .

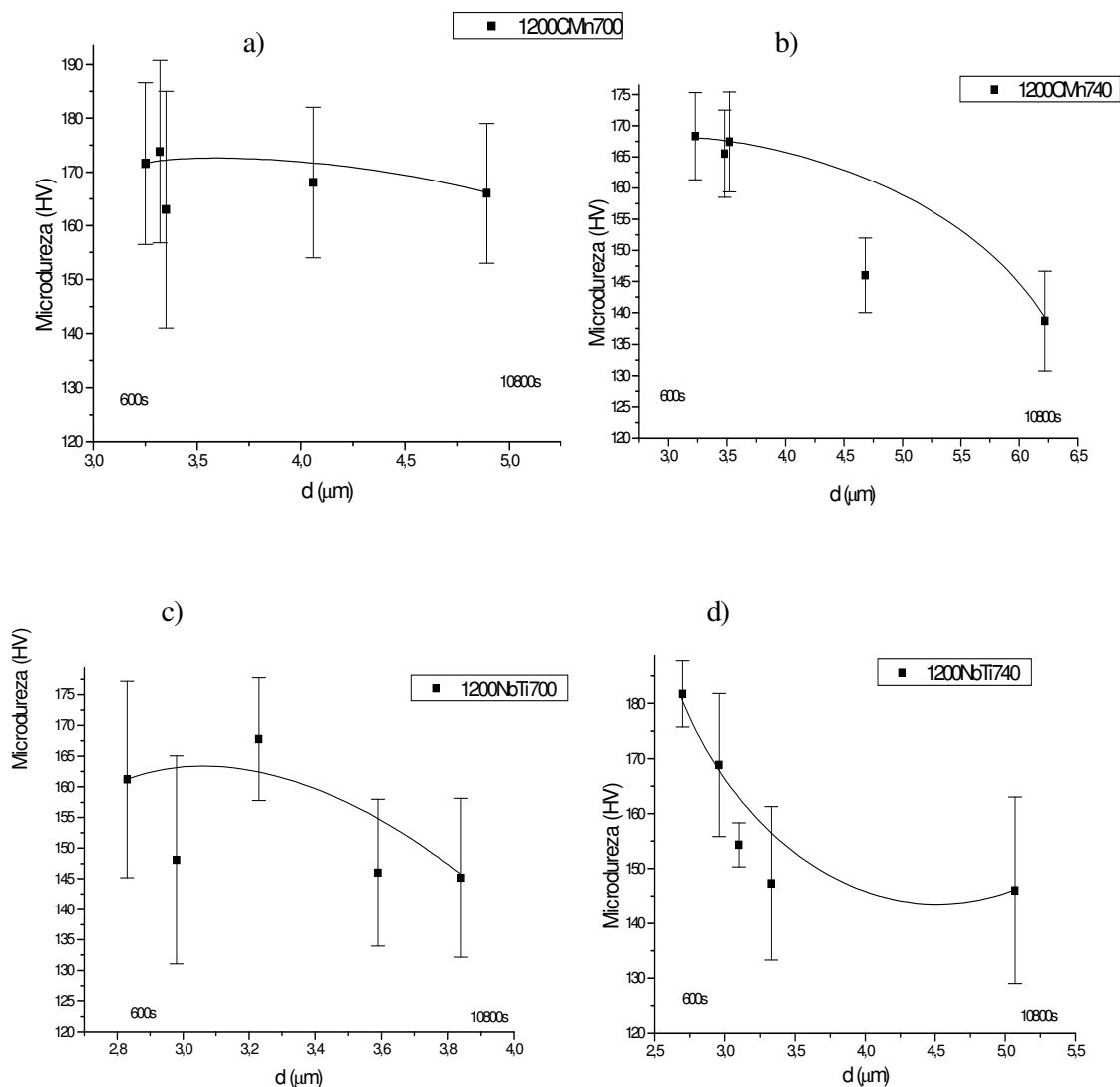


Figura 5.51 Microdureza (HV) em função do tamanho de grão ferrítico médio – $d(\mu\text{m})$ ao longo do tempo de recozimento- Austenitização a 1200°C; a) Aço C-Mn deformado a 700°C, b) Aço C-Mn deformado a 740°C, c) Aço Nb-Ti deformado a 700°C e d) Aço Nb-Ti deformado a 740°C.

As configurações microestruturais (figs5.52-55) diferem consideravelmente para amostras do aço C-Mn deformados à mesma temperatura e sujeitas às duas diferentes condições de austenitização, especialmente pela presença maciça de perlita nas amostras austenitizadas à temperatura mais alta (1200°C), constituinte de muito pouca presença nas amostras deformadas após têmpera a partir de 900°C.

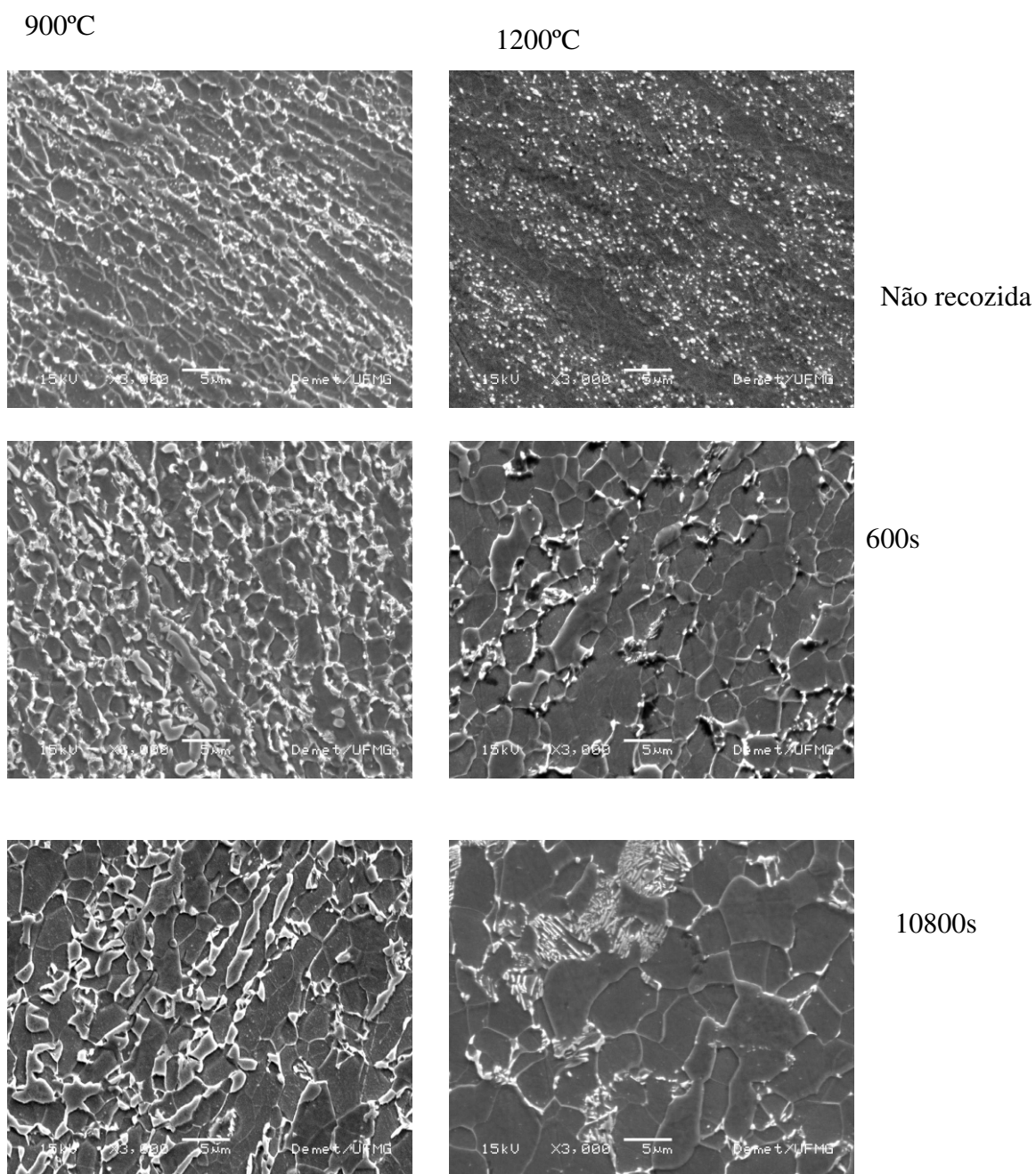


Figura 5.52- Comparação entre as configurações microestruturais para amostras do aço C-Mn deformadas à mesma temperatura, 700°C, e sujeitas às duas diferentes condições de austenitização.

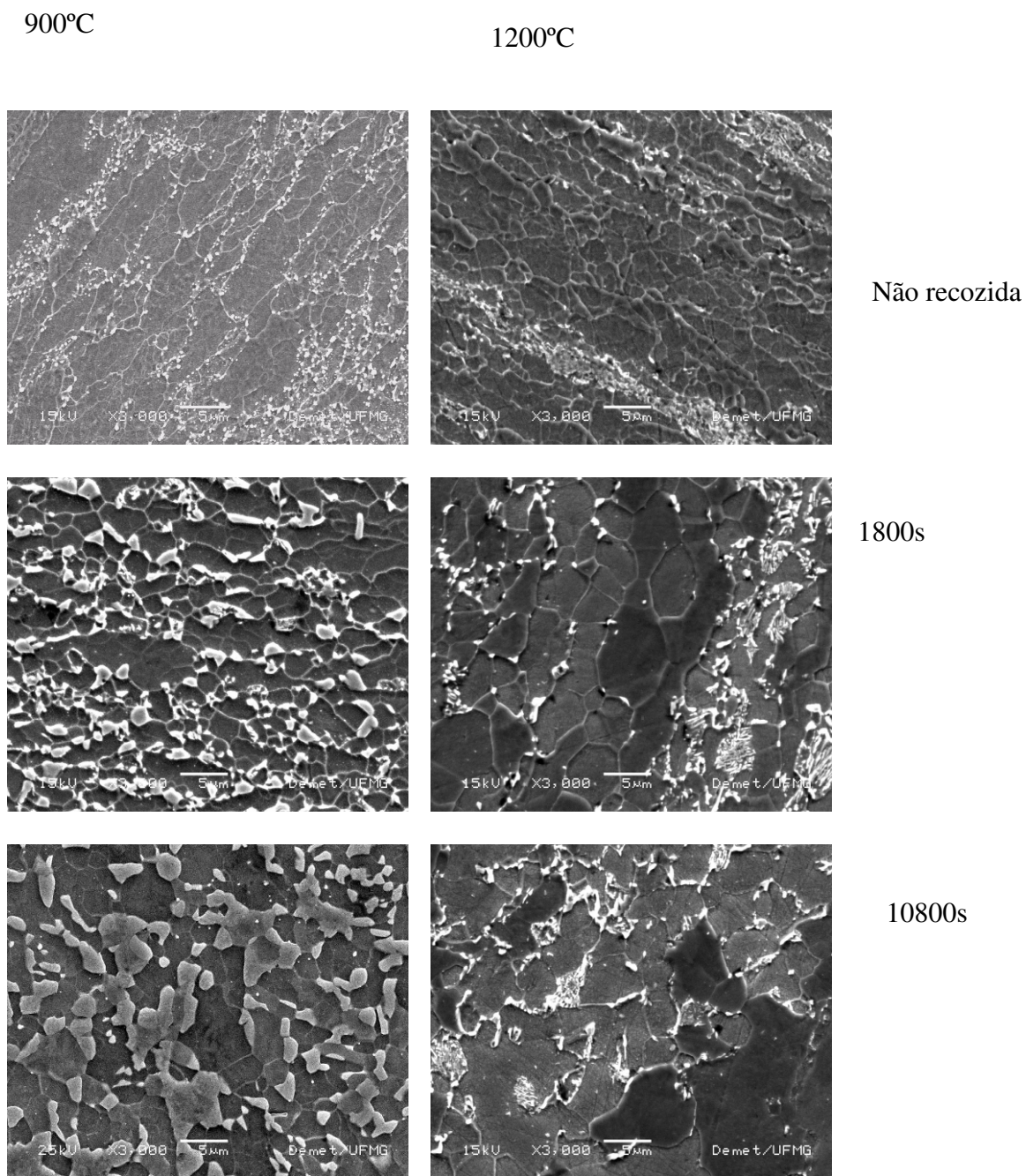
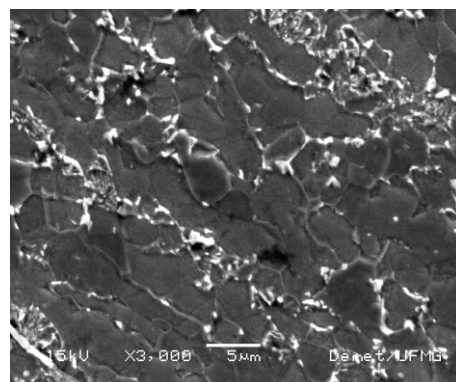
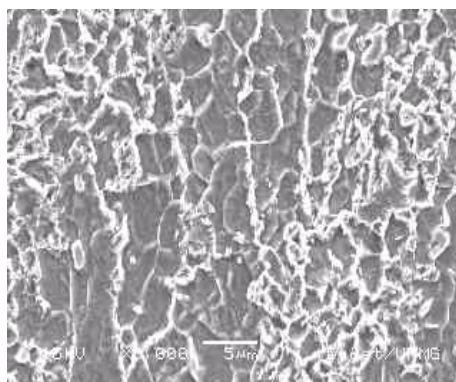


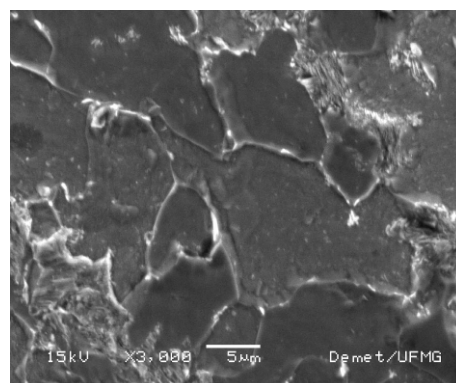
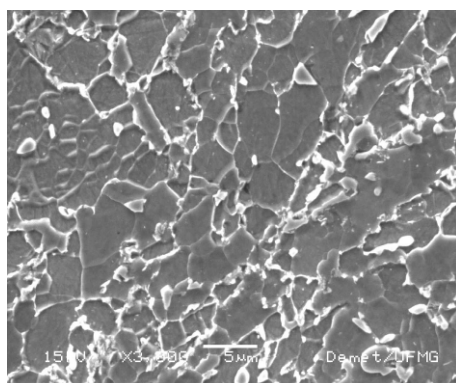
Figura 5.53- Comparação entre as configurações microestruturais para amostras do aço Nb-Ti deformadas à mesma temperatura, 700°C, e sujeitas às duas diferentes condições de austenitização.

900°C

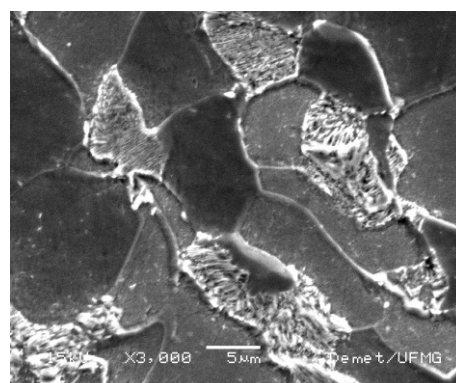
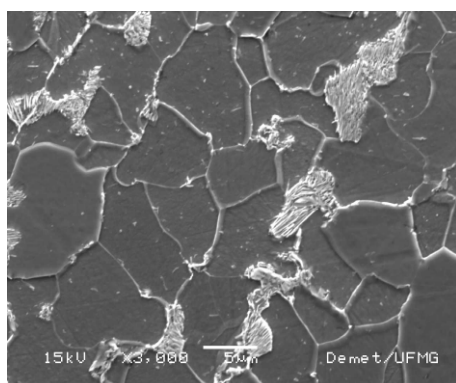
1200°C



600s



1800s



10800s

Figura 5.54- Comparação entre as configurações microestruturais para amostras do aço C-Mn deformadas à mesma temperatura, 740°C, e sujeitas às duas diferentes condições de austenitização.

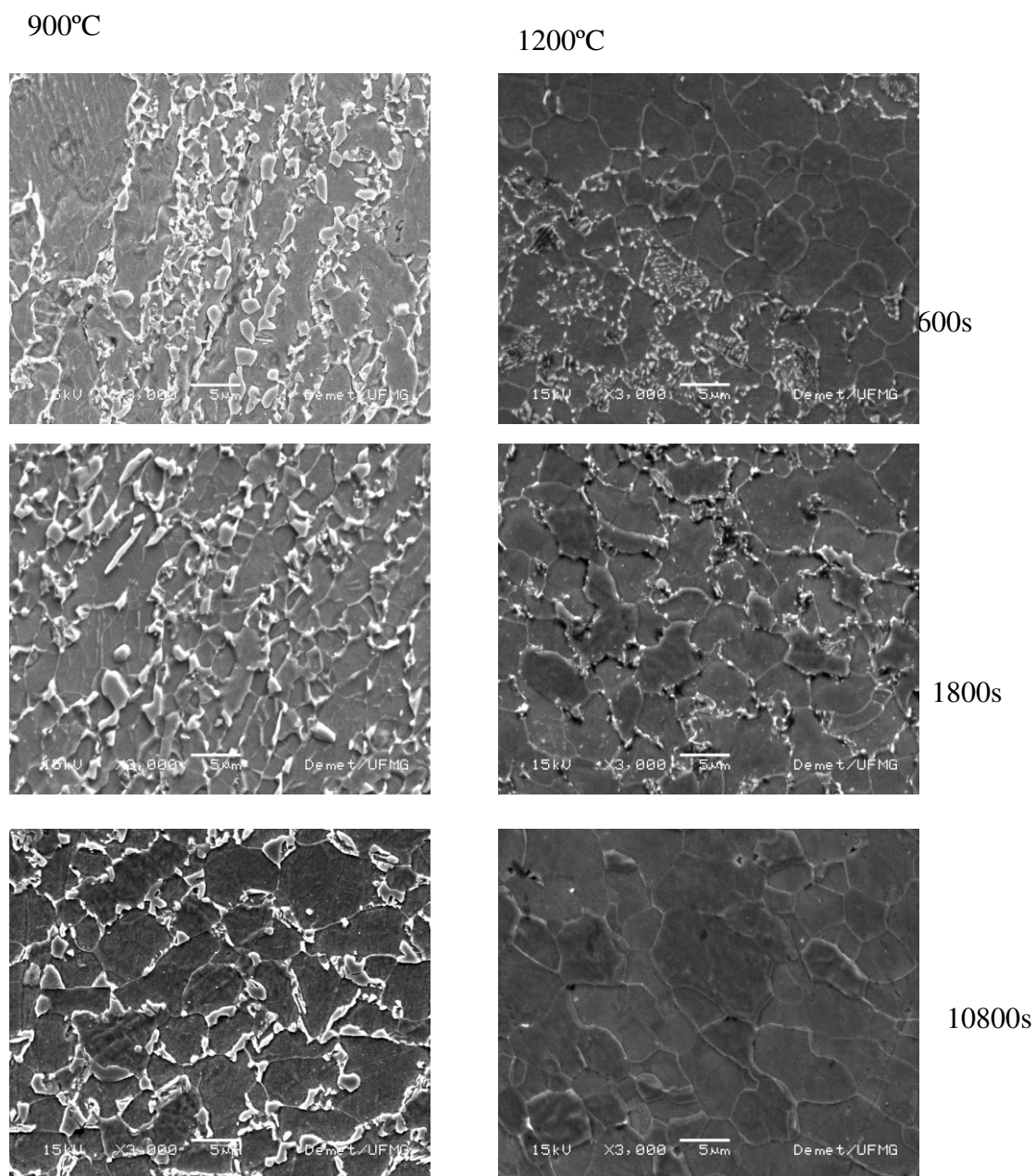


Figura 5.55- Comparação entre as configurações microestruturais para amostras do aço Nb-Ti deformadas à mesma temperatura, 740°C, e sujeitas às duas diferentes condições de austenitização.

As frações volumétricas destes constituintes foram avaliadas, com o uso de ataques químicos apropriados, através de um analisador de imagens para quantificar o percentual de ferrita e MA, além de bainita granular, carbonetos e precipitados diversos.

Com o prolongamento dos tempos de recozimento, a microestrutura se tornou ligeiramente grosseira e mais homogênea, o que foi acompanhado pela diminuição na dureza. Os valores encontrados de microdureza podem ser extrapolados (Yada,1987) correspondendo a limites de resistência da ordem de 555-660MPa (mais elevado em aproximadamente 25%) do que as mesmas classes de aço processadas por laminação tradicional seguida de recozimento intercrítico, de acordo com Santos (2003).

Com relação às temperaturas de deformação, para todas as situações e independentemente da composição química, as amostras processadas à temperatura mais baixa, 700°C, apresentaram microdureza ligeiramente maior. Isto se deve ao maior encruamento, que por sua vez possibilita uma maior recristalização dinâmica da ferrita e um tamanho de grão menor. Algumas variações em valores de microdureza também podem certamente ser atribuídas à influência dos constituintes presentes, como MA e carbonetos. Destaca-se também a presença de uma microestrutura heterogênea e dotada de subgrãos para as amostras não recozidas e nos tempos mais curtos de recozimento (60 e 600s). A constituição microestrutural para as várias condições de processamento em função do tempo de recozimento é apresentada nas figuras 5.54-57, onde nota-se que o tempo de recozimento exerceu influências diferentes para cada condição. Os erros experimentais para a fração volumétrica do constituinte MA já foram apresentados anteriormente (fig. 5.35-38) e os dos demais constituintes, inferiores a 5%, não foram inseridos nos gráficos para não prejudicar a visualização dos valores representados pelos símbolos geométricos.

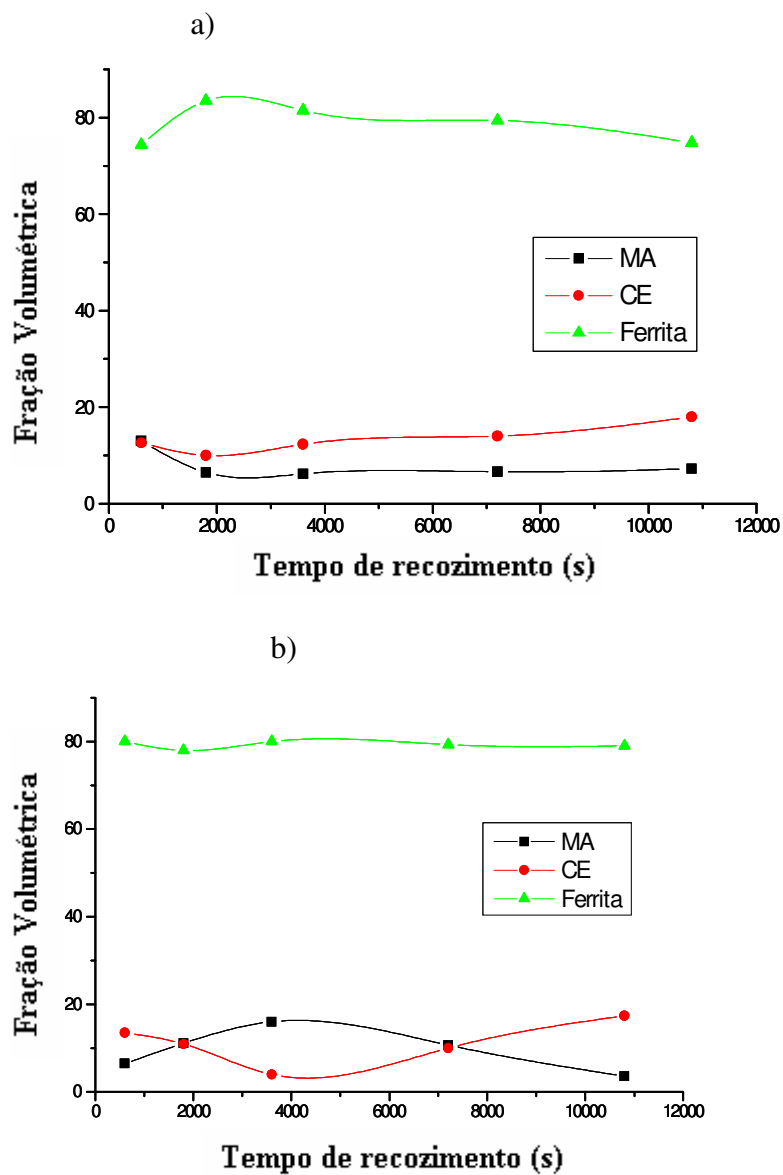


Figura 5.56 Constituição microestrutural em função do tempo de recozimento. Aço C-Mn temperado a partir de 900°C. a) Deformação a 700°C e b) Deformação a 740°C.

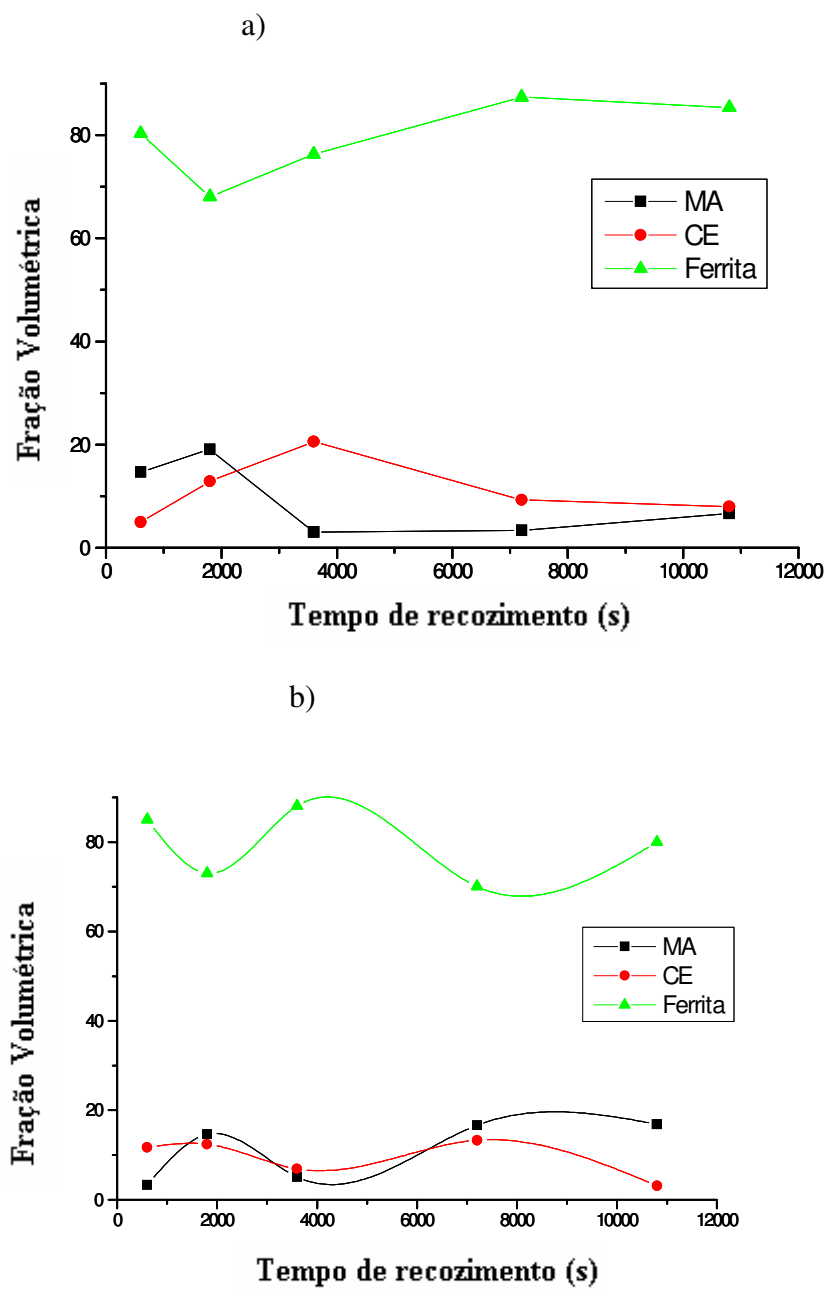


Figura 5.57 Constituição microestrutural em função do tempo de recozimento Aço Nb-Ti temperado a partir de 900°C. a) Deformação a 700°C e b) Deformação a 740°C.

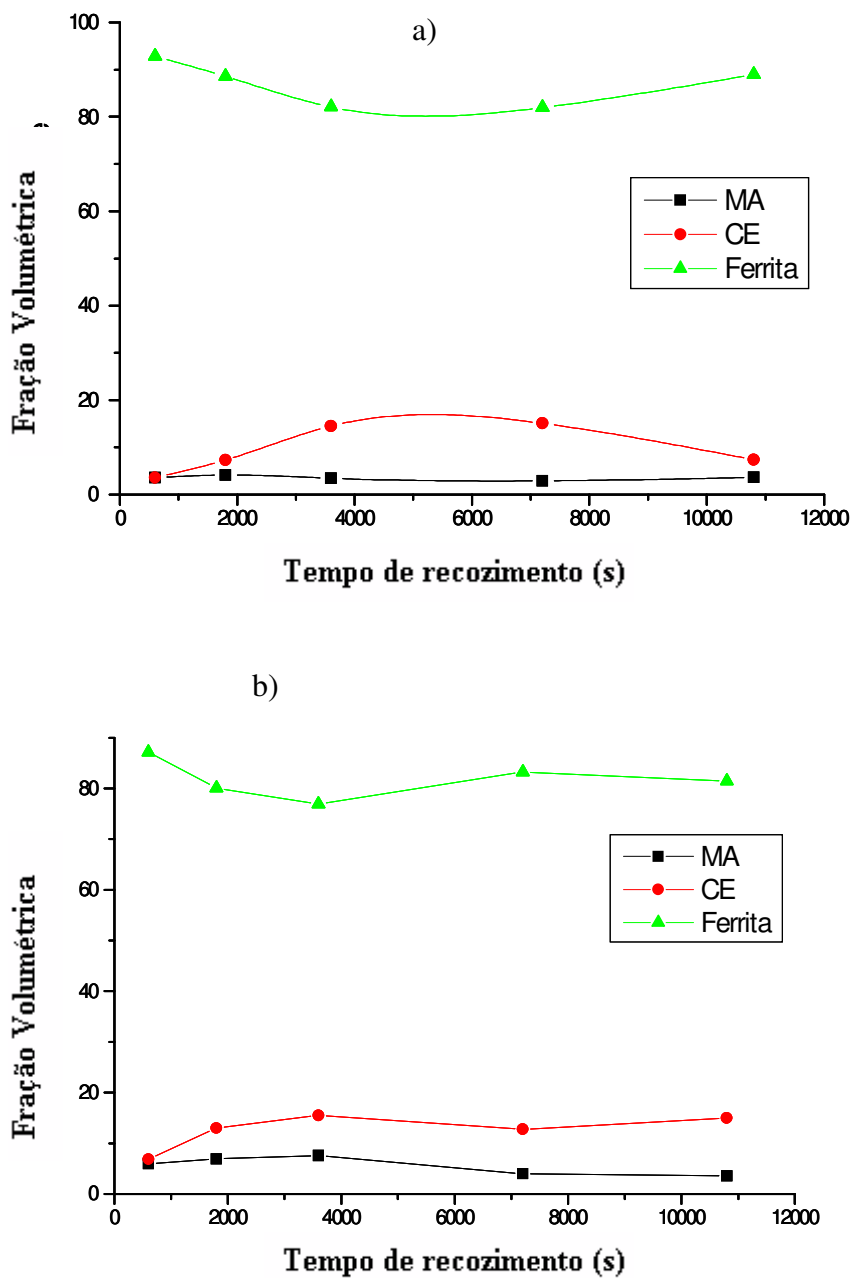


Figura 5.58 Constituição microestrutural em função do tempo de recozimento. Aço C-Mn temperado a partir de 1200°C. a) Deformação a 700°C e b) Deformação a 740°C.

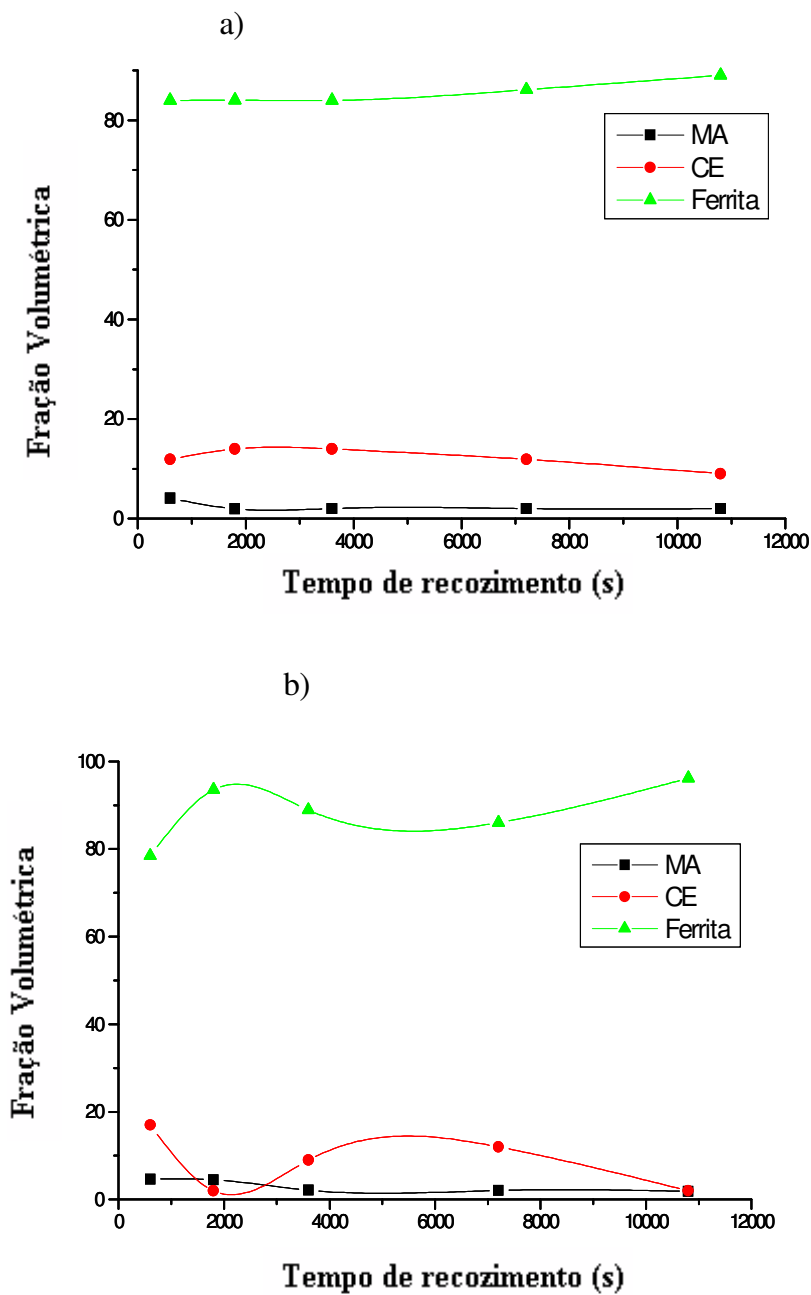


Figura 5.59 Constituição microestrutural em função do tempo de recozimento. Aço Nb-Ti temperado a partir de 1200°C. a) Deformação a 700°C e b) Deformação a 740°C.

Para o aço C-Mn temperado a partir de 900°C e com relação à deformação a 700°C a fração volumétrica de MA tem um valor mais elevado para tempos curtos de

recozimento, sofre uma queda depois há uma estabilização. Em relação à deformação a 740°C, a fração volumétrica de MA apresentou um pico com 1 hora de recozimento, entretanto a porcentagem do constituinte escuro (perlita, bainita granular e carbonetos) das amostras de 740°C cresceu com o tempo de recozimento. Com relação à presença do constituinte escuro nas amostras de 700°C, observou-se que houve uma maior fração que para a amostra deformada a 740°C.

Para o aço Nb-Ti temperado a partir de 900°C deformado a 700°C a fração volumétrica de MA tem um valor máximo para 1h (3600s) de recozimento, sofrendo em seguida uma queda com posterior estabilização. Em relação à deformação a 740°C, a porcentagem de MA apresentou uma oscilação, com pico com 7200s de recozimento. A porcentagem do constituinte escuro apresentou comportamento similar para as duas temperaturas de deformação.

Para o aço C-Mn temperado a partir de 1200°C e com relação à deformação a 700°C, a fração volumétrica de MA tem um valores baixos para todos os tempos de recozimento. Em relação à deformação a 740°C, a fração volumétrica de MA apresentou o mesmo comportamento. A porcentagem do constituinte escuro (perlita, bainita granular e carbonetos) se mostrou elevada para as duas temperaturas de deformação.

Para o aço Nb-Ti temperado a partir de 1200°C e com relação à deformação a 700°C a fração volumétrica de MA tem um valores muito baixos para todos os tempos de recozimento, com um percentual de constituinte escuro estável. Em relação à deformação a 740°C, a fração volumétrica de MA apresentou o mesmo comportamento e a fração volumétrica do constituinte escuro (perlita, bainita granular e carbonetos) oscilou bastante.

Alguns fatores de influência na dureza foram quantificados nos estudos de Yabutsov (2000), apresentando os seguintes valores:

Endurecimento por solução sólida é da ordem de 40HV.

Endurecimento por precipitação é da ordem de 10HV.

Endurecimento por MA é da ordem de $366\text{HV} \cdot \text{fração de MA}$.

Considerando que as amostras tem em média 80% de ferrita, então 20% da dureza pode ser atribuído aos outros constituintes. Para uma dureza de 200HV, então cerca de 40HV seriam provenientes da influência do MA, que apresentou para várias situações percentuais da ordem de 10%. Aplicando a expressão, $366 \cdot 10\% = 36\text{HV}$, conclui-se que os resultados obtidos neste trabalho demonstram uma estreita correlação com a ordem de grandeza do estudo citado.

Algumas comparações foram feitas com relação a outros resultados da literatura e este conjunto de equações é apresentado a seguir.

Considerando dados da literatura (Santos, 1991; Silva, 1995) a expressão do LR em função deHV apresentada por Rodrigues (1998) tem a seguinte forma:

$$\text{LR(MPA)} = -17,8 + 3,0 \cdot \text{HV}$$

Se aplicada esta expressão para a melhor condição de microdureza encontrada neste trabalho, ou seja, o aço microligado ao Nb-Ti com têmpera a partir de 900°C e deformação a 700°C (218HV), obtém-se um valor de 636MPa para um TG de 2,59µm.

Utilizando a expressão desenvolvida por Rodrigues (1998), $\text{LR(MPA)} = 27,8 + 2,9\text{HV}$, chega-se valor de 660MPa.

Utilizando a expressão de Yada (1987), $\text{LR(MPA)} = 3,04 \cdot \text{HV}$, o valor seria de 662,7MPa.

Empregando a expressão de Santos (1991), $\text{LR} = 134 + 2,3\text{HV}$, o limite de resistência seria de 635,4MPa.

O melhor resultado encontrado para os aços C-Mn para as mesmas condições de processamento descritas acima foi de 212MPa, com um TG de 1,99µm.

Se aplicarmos as mesmas expressões, os resultados são os seguintes:

Rodrigues (1998), $LR(MPA) = 27,8 + 2,9.HV$, $LR = 642MPa$

Yada (1987) $LR(MPA) = 3,04.HV$, $LR = 644,4MPa$

Santos (1991), $LR = 134 + 2,3.HV$, $LR = 621,6MPa$.

Os valores calculados são consideráveis ao se levar em conta que se tratam de aços de baixo teor de carbono com estrutura ferrítica.

5.14.2 - Regressões lineares

Através de regressões lineares foi possível determinar equações empíricas que explicitam o efeito de cada um dos constituintes principais e dos parâmetros de processamento nas propriedades mecânicas finais. A condição considerada como melhor em termos de propriedades mecânicas corresponde às amostras temperadas a partir de 900°C. Os grãos austeníticos prévios foram menores e os valores de microdurezas para estas amostras foram mais elevados, sendo as mesmas consideradas mais interessantes do ponto de vista de refinamento microestrutural.

As propriedades mecânicas para as amostras podem ser relacionadas através de uma equação que tenha como fatores/regressores as temperaturas de deformação, os percentuais dos constituintes, o TG ferrítico final, a presença de subgrãos/densidade de deslocamentos, distribuição/ fração volumétrica de precipitados e o tempo de recozimento. Para efeito de simplificação, a presença de subgrãos/densidade de deslocamentos e a distribuição das partículas foram deixados de fora da análise.

Foram consideradas para análise amostras no intervalo entre 600 e 10800s de recozimento, pois constatou-se de forma geral quase não haver diferenças, sejam microestruturais ou de comportamento mecânico, entre as amostras não recozidas e aquelas recozidas por apenas 60s.

5.14.2.1 Microdureza(HV) em função do tempo (h)

Em primeira análise, optou-se por estabelecer uma equação que possa relacionar a dureza com o tempo de recozimento para cada situação de processamento e composição. O conjunto de equações obtidas encontra-se relacionado na tabela V.3.

TAB V.3 Microdureza(HV) em função do tempo (h)

900 C-Mn def 740	$HV = 205 - 13,6.T(h)$	$R^2 = 93,5\%$
900 Nb-Ti def 700	$HV = 221 - 30,0.T(h)$	$R^2 = 89,3\%$
900 Nb-Ti def 740	$HV = 193 - 4,42.T(h)$	$R^2 = 85,8\%$
1200 Nb-Ti def 700	$HV = 163 - 7,29.T(h)$	$R^2 = 68,6\%$

Onde (900 e 1200) correspondem às temperaturas de austenitização em graus Celsius, (C-Mn e Nb-Ti) as composições químicas e (700 e 740) as duas temperaturas de torção empregadas em graus Celsius.

Ainda que as ferramentas estatísticas sejam de grande importância, esta análise de propriedades não pode ser feita isoladamente da avaliação microestrutural e de processamento. Nota-se em algumas expressões uma grande falta de ajuste como mostra o coeficiente de correlação múltipla para cada caso (3ª coluna). Para a condição de têmpera a partir de 1200°C do aço C-Mn deformado a 700°C, a dureza se mostrou praticamente insensível ao tempo de recozimento. O TG quase não sofreu variação até 1h de recozimento e em todos os tempos houve pouca variação dos percentuais dos constituintes, como visto figura 5.48.

Uma segunda e não menos importante análise é aquela que envolve a relação entre a microdureza e o tamanho de grão ferrítico médio. As expressões que relacionam a dureza com o tamanho ferrítico médio de grão, como mostra a tabela V.4, são as seguintes :

5.14.2.2 Microdureza(HV) em função do tamanho ferrítico médio de grão(μm)^{-1/2}

TAB V.4 - Microdureza(HV) em função do tamanho ferrítico médio de grão(μm)^{-1/2}

900 C-Mn def 740	$HV = 117 + 3,96.d^{-1/2}$	$R^2 = 41,8\%$
900 Nb-Ti def 700	$HV = - 48,6 + 13,7.d^{-1/2}$	$R^2 = 88,9\%$
900 Nb-Ti def 740	$HV = 96,7 + 5,25.d^{-1/2}$	$R^2 = 93,2\%$
1200 C-Mn def 740	$HV = 52,9 + 6,63.d^{-1/2}$	$R^2 = 96,5\%$

Considerando a equação que relaciona microdureza em função do tamanho de grão ferrítico desenvolvida por Priestner et al. (2000), $HV = 130 + 3,25 d^{-1/2}$, percebe-se que a expressão para 900 C-Mn def 740 é a que mais se aproxima, ainda que o coeficiente de correlação múltipla seja baixo. Em seguida, a condição 900 Nb-Ti def 740 é a mais próxima, com um R^2 elevado.

Isto sinaliza para o fato de que os efeitos da deformação no refinamento microestrutural são menos influentes em temperatura mais alta. O acúmulo de energia sob a forma de deformação foi mais intenso quando a torção foi efetuada a 700°C, propiciando uma maior fração volumétrica de núcleos de ferrita recristalizada e de dimensões inferiores. Nos histogramas apresentados nota-se essa diferença, pois para o intervalo de 0 a 10800s o tamanho do grão da amostra de 740°C cresce numa faixa maior do que a amostra de 700°C.

Para as amostras temperadas a partir de 1200°C, os dados guardam pouca correlação com a equação de Priestner, à exceção de 1200 C-Mn def 700.

Uma terceira e mais completa análise é aquela que envolve a relação entre a microdureza, o tamanho de grão ferrítico médio e os percentuais dos constituintes. As expressões que relacionam estas grandezas são apresentadas na tabela V.5:

5.14.2.3 Microdureza(HV) em função do tamanho ferrítico médio de grão(μm)^{-1/2} e dos percentuais dos constituintes

TAB V.5 - Microdureza(HV) em função do tamanho médio de grão ferrítico (μm)^{-1/2} e dos percentuais dos constituintes

900 C-Mn def 740	$\text{HV} = 72 + 4,73.d^{-1/2} + 2,81.\%MA + 0,39.\%CE$	$R^2 = 89,8\%$
900 Nb-Ti def 700	$\text{HV} = -26,9 + 10,6.d^{-1/2} + 1,75.\%MA + 1,25.\%CE$	$R^2 = 96,6\%$
900 Nb-Ti def 740	$\text{HV} = 80,6 + 6,23.d^{-1/2} + 0,098.\%MA - 0,199.\%CE$	$R^2 = 94,1\%$
1200 C-Mn def 740	$\text{HV} = 47,3 + 7,09.d^{-1/2} - 0,80.\%MA + 0,217.\%CE$	$R^2 = 97,4\%$
1200 Nb-Ti def 700	$\text{HV} = 48,6 + 4,99.d^{-1/2} + 8,04.\%MA - 0,15.\%CE$	$R^2 = 84,4\%$
1200 Nb-Ti def 740	$\text{HV} = 72,9 + 4,04.d^{-1/2} + 1,18.\%MA + 1,55.\%CE$	$R^2 = 99,8\%$

Onde HV = microdureza, $d^{-1/2}$ = tamanho de grão (mm)^{-1/2}, %MA= fração volumétrica do constituinte MA e CE% = fração volumétrica do constituinte escuro.

Várias destas expressões apresentaram um elevado índice de correlação múltipla. Um ponto diferencial desta última análise é a existência de termos negativos. Do ponto de vista físico, a presença de quaisquer dos constituintes relacionados só poderia trazer contribuições positivas para a dureza, uma vez que a dureza intrínseca do constituinte MA, cementita e dos carbo-nitretos de Nb-Ti tem dureza superior à da ferrita, entretanto há um fator que foi desconsiderado por complexidade. Deve-se levar em conta que não foi avaliada a distribuição nem o tamanho médio destes constituintes, apenas sua fração volumétrica, justificando assim as supostas inconsistências nas expressões.

5.15 A correlação com o processo de laminação industrial/ Aplicabilidade

Deformação equivalente e carga de laminação

As tabelas V.6 e 7 mostram a correlação dos 7 passes de torção com os passes finais da linha de acabamento da laminação de tiras. Os cálculos das forças de separação previstas, coluna 4 das tabelas 2 e 3, foi semelhante ao apresentado por Boratto (1987); partindo de uma tira de espessura de entrada no primeiro passe de 4 mm e largura de

304,8 mm, para um cilindro de laminação de 750 mm de diâmetro a 300 rpm às temperaturas de trabalho de 700 e 740°C.

Deformação equivalente total	Deformação (%) em Laminação (por passe)	Saída (mm)	F (10 ⁶ N)	Passes
0,15	12,18	3,51	2,86	1
0,31	11,36	3,11	2,63	2
0,46	9,31	2,82	2,12	3
0,62	8,69	2,58	1,88	4
0,77	7,12	2,39	1,50	5
0,93	6,64	2,24	1,37	6
1,08	5,44	2,11	1,10	7

Tabela V.6. Esquema da aplicação de passes na torção. Temperatura de torção 700°C.

A correlação entre a deformação por torção e a redução equivalente de altura na laminação, onde h_i = altura inicial e h_f = altura final, pode ser calculada como:

$$\varepsilon = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{h_i}{h_f} \right) \quad (\text{V.1})$$

$$\text{Deformação}(\%) = 100 \left(\frac{h_i - h_f}{h_i} \right) \quad (\text{V.2})$$

A deformação obtida a partir da torção é função das dimensões do corpo de prova, onde L = comprimento, r = raio e θ = ângulo de torção, como demonstra a equação V.3.

$$\varepsilon = \frac{\Theta r}{\sqrt{3}L} \quad (\text{V.3})$$

Deformação equivalente total	Deformação(%) em Laminação (por passe)	Saída (mm)	F (10 ⁶ N)	Passes
0,12	9,82	3,61	2,33	1
0,26	10,00	3,25	2,43	2
0,38	8,46	2,97	2,09	3
0,53	8,43	2,72	2,01	4
0,66	6,86	2,53	1,67	5
0,81	6,63	2,37	1,56	6
0,91	4,15	2,27	1,03	7

Tabela V.7. Esquema da aplicação de passes na torção. Temperatura de torção 740°C.

Temperaturas de deformação

As temperaturas de deformação empregadas, 700 e 740°C, estiveram próximas a A_{c1} (temperatura de transformação $\alpha \rightarrow \gamma$ no aquecimento); Utilizando-se a expressão de Andrews (1965), A_{c1} e $A_{c3} = 719$ e $849^\circ\text{C}(\text{C-Mn})$, 716 e 800°C (Nb-Ti), respectivamente. A partir dos dados de tensão em função da deformação foi feito o gráfico de tensão média de trabalho para as duas temperaturas de deformação. Utilizou-se uma análise estatística simples onde foi calculada a média das tensões, em cada passe, desconsiderando as tensões aplicadas para deformar o aço elasticamente. Foi calculado o desvio padrão populacional por passe. O gráfico desta dependência se encontra mostrado na figura 5.58.

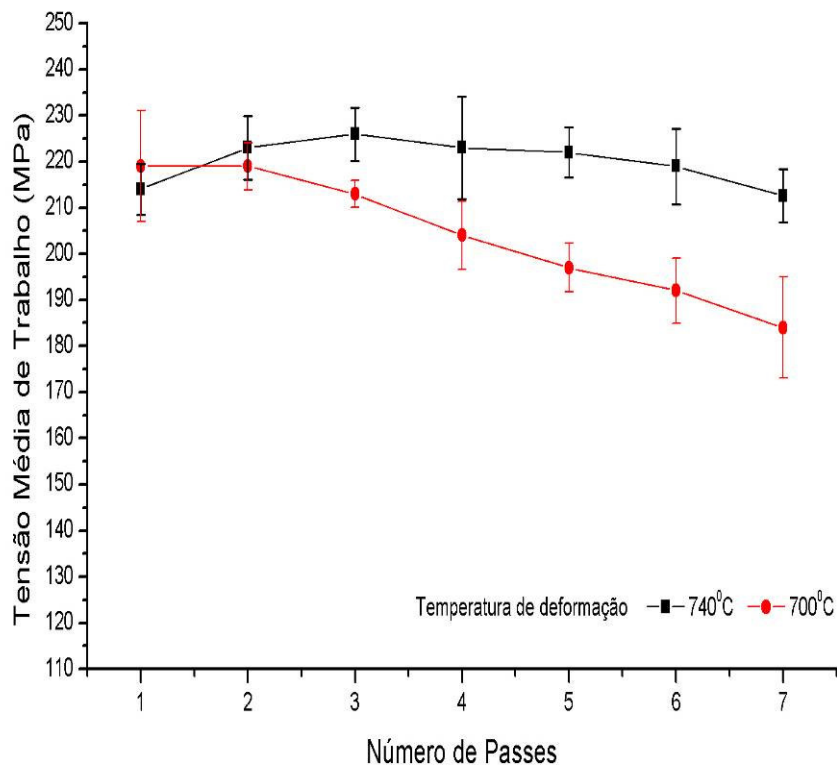


Figura 5.60. Tensão média de trabalho por passe em função das temperaturas de deformação.

Observando as diferenças das tensões médias de deformação para as temperaturas analisadas em cada passe conclui-se que, no caso analisado, a tensão média de trabalho é independente da deformação sendo função da temperatura de deformação.

5.15.1 Parâmetros operacionais na obtenção de grãos ultrafinos em tiras

Aços com grãos pequenos são utilizadas em estruturas onde se requer um alto limite de escoamento e ao mesmo tempo alta resistência à fratura frágil como na construção civil, construção naval, produção de tubos de grande diâmetro, produção de equipamentos rodoviários, agrícolas, tratores, caldeiras e vasos de pressão.

Foi estabelecida uma correlação do ensaio realizado para obtenção dos grãos ultrafinos com a laminação controlada de tiras a morno na linha de acabamento, como ilustrado na figura 5.59. Essa correlação se trata de uma nova proposta de tratamento termomecânico à indústria.

- 1 – Forno de aquecimento.
- 2 – Jato de água de alta pressão.
- 3 – Forno de aquecimento (700 ou 740°C).
- 4 – 7 passes de laminação.
- 5 – Resfriamento.
- 6 – Forno de recozimento (800°C).
- 7 – Resfriamento.

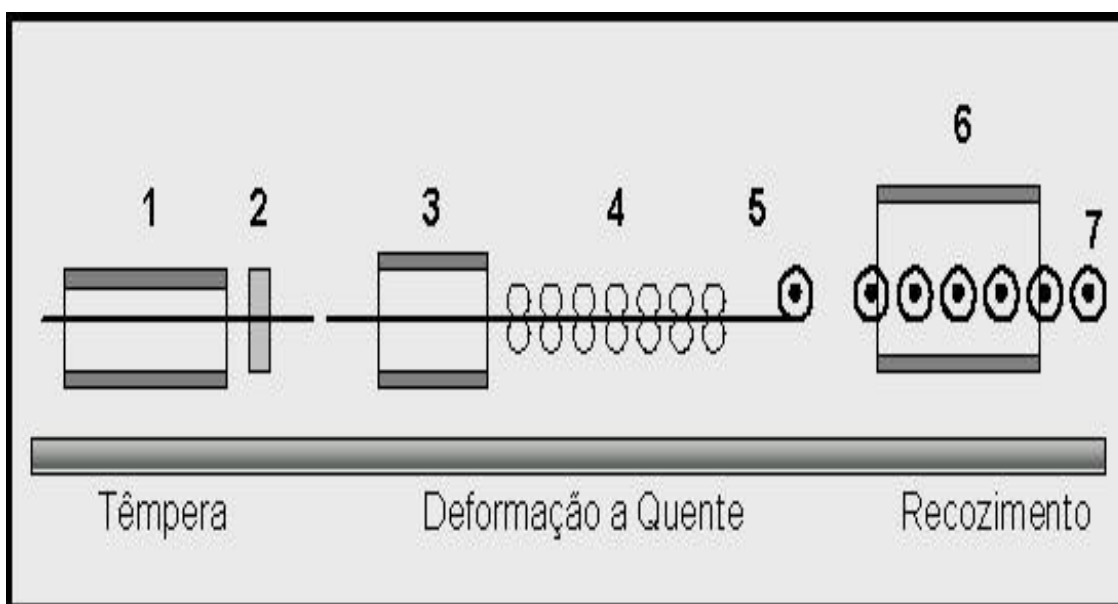


Figura 5.61 Ilustração do esquema de laminação para obtenção de grãos ultrafinos.

Antes dos passes de laminação, o aço é temperado a partir de 900°C sendo resfriado até a temperatura ambiente com uma taxa de resfriamento elevada (neste trabalho foi de aproximadamente 300°C/s). Os passes de laminação ocorrem na temperatura de 700 ou 740°C com um intervalo de 1s para cada passe. A velocidade de laminação de 11,78 m/s, que corresponde a 300 rpm para o cilindro de laminação com diâmetro 750 mm, foi utilizada para fins de cálculos da força de separação entre os cilindros.

CAPÍTULO 6 - CONCLUSÕES GERAIS

A têmpera, ensaios de torção no campo bifásico e recozimento intercrítico foram utilizados para estudar o comportamento e o refino microestrutural em dois aços ARBL, um C-Mn e outro microligado com Nb-Ti, além de permitir a proposição de um procedimento correspondente que possa vir a ser aplicado na laminação industrial. As variáveis utilizadas foram as temperaturas de austenitização e as temperaturas de deformação. Os resultados obtidos conduziram às seguintes conclusões:

O processamento do aço C-Mn após têmpera a partir de 900°C e torção a 700°C permitiu a obtenção de uma microestrutura ultrafina consideravelmente homogênea, com o menor tamanho de grão ferrítico médio dentre todas as condições estudadas. A presença de subestrutura foi uma característica marcante desta condição, bem como de uma dispersão de cementita ao longo das seções avaliadas, com um pequeno percentual de constituinte MA. A formação de novos núcleos de ferrita induzidos pela deformação da austenita foi evidente pela avaliação dimensional e caracterização morfológica, além de ter sua recristalização evidenciada através da forma das curvas de fluxo. Ao longo do tempo de recozimento este material apresentou também o menor crescimento em termos absolutos e percentuais, associado à menor queda geral na microdureza. O tempo de 60s de recozimento, de forma geral, foi insuficiente para introduzir modificações significativas de ponto de vista microestrutural e de propriedades mecânicas com relação às amostras não recozidas. O percentual do constituinte MA sofreu muito pouca variação.

O processamento do aço C-Mn após têmpera a 900°C e torção a 740°C permitiu a obtenção de uma microestrutura ultrafina heterogênea, dotada de uma mistura de grãos poligonais alongados de ferrita com deslocamentos no interior destes grãos e grãos poligonais quase equiaxiais que contêm um número muito baixo de deslocamentos; bainita granular e uma quantidade significativa de carbonetos, Fe_3C , situados predominantemente nos contornos de grão e nas junções triplas. Alguns destes

carbonetos foram encontrados também dentro dos grãos de ferrita. A forma destes carbonetos foi globular, alongada e cuboidal.

Ilhas de austenita retida estavam também presentes na microestrutura. A presença de subestrutura foi uma característica marcante desta condição, entretanto ao longo das seções avaliadas a cementita se encontra menos dispersa. Ao longo do tempo de recozimento este material apresentou um percentual bem maior de crescimento em termos absolutos e percentuais se comparado à deformação a 700°C. A queda na microdureza foi mais intensa especialmente pela quantidade significativa de perlita formada após o recozimento por tempo mais longo, 10800s. A presença dos carbonetos foi somente evidente dentro da ferrita e dos grãos de austenita retida, enquanto que os contornos de grão estavam livres de precipitados. Este foi o motivo da não restrição ao crescimento de grãos, diferentemente das amostras deformadas à temperatura mais baixa, onde o acúmulo destes carbonetos nos contornos forneceu um mecanismo eficiente para controlar o crescimento de grão. O percentual do constituinte MA sofreu uma elevação e depois queda após uma hora de recozimento, enquanto que para o constituinte escuro o comportamento foi exatamente o inverso.

O processamento do aço Nb-Ti após têmpera a 900°C e torção a 700°C permitiu a obtenção de uma microestrutura ferrítica ultrafina heterogênea, com forte presença de subestrutura e precipitados nos contornos de grão. A presença maciça destes precipitados contribuiu para a obtenção dos mais altos valores de microdureza dentre todas as situações estudadas, devido ao refino da ferrita. Com o aumento do tempo de recozimento este material apresentou um pequeno percentual de crescimento, entretanto a partir de 3600s, uma queda abrupta na microdureza foi registrada. Isto se deveu à diminuição da fração de MA e à dissolução dos precipitados.

O processamento do aço Nb-Ti após têmpera a 900°C e torção a 700°C, possibilitou a obtenção de uma grande quantidade de grãos muito finos de forma equiaxial. Enquanto que alguns destes grãos contém deslocações e subgrãos, alguns outros tem o interior relativamente livre de deslocações. A presença de partículas de precipitados foi marcante, desde relativamente grosseiras de forma cuboidal e acicular, esféricas ou

alongadas nos contornos de grão ou de subgrão, além de intragranulares e finas. Além de ferrita, regiões de martensita e em algumas áreas bainita granular estão presentes. Os padrões de difração de elétrons feitos a partir das partículas cuboidal e alongadas indicaram que são nitretos ricos em Ti, $(\text{Ti,Nb})_4\text{N}_5$. Estes nitretos são aqueles talvez não dissolvidos durante austenitização ou foram precipitados durante austenitização em 900°C por 5 minutos. Partículas finas observadas dentro dos grãos da ferrita parecem ser precipitados induzidos por deformação do tipo NbC que se formaram durante a deformação a morno ou durante o resfriamento após a deformação a morno. Após o tempo de recozimento intercrítico mais martensita foi formada, que indica que durante o tempo de permanência a 800°C mais ferrita se transforma em austenita e então em bainita granular e/ou martensita no resfriamento. A queda na microdureza foi discreta, da mesma ordem (20MPa) ocorrida para o aço C-Mn deformado a 700°C. Ainda que o tamanho de grão ferrítico médio final seja quase o dobro da condição citada como comparação, a presença considerável de MA e precipitados garantiu essa condição de manutenção do patamar de microdureza.

A temperatura de austenitização demonstrou ser um parâmetro determinante nas condições microestruturais e propriedades mecânicas. O tempo de permanência à temperatura de austenitização de 1200°C foi insuficiente para solubilizar todos os carbonitretos pré-existent, ou ocorreu precipitação dos mesmos durante a deformação subsequente. O tamanho de grão austenítico prévio medido para os dois aços foi de duas vezes maior do que para aquelas austenitizadas à temperatura de 900°C. Considerando estes fatores diferenciais, todas as amostras temperadas a esta temperatura geraram tamanhos médios de grãos ferríticos maiores e microdureza inferiores se comparadas às mesmas condições de processamento para a têmpera a partir de 900°C.

O processamento do aço C-Mn após têmpera a 1200°C e torção a 700°C permitiu a obtenção de uma microestrutura heterogênea e que apesar de ter uma quantidade significativa de grãos com dimensões ultrafinas, não pode ser considerada ultrafina de forma geral, uma vez que o tamanho de grão ferrítico médio superou os 3µm. Isto se aplica a todas as amostras temperadas a partir de 1200°C. A presença de subestrutura foi uma característica marcante desta condição, bem como de uma dispersão de cementita

ao longo das seções avaliadas, com um pequeno percentual de constituinte MA. Ocorreu uma queda bem mais significativa na microdureza para a deformação a 740°C, pois ocorreu formação de perlita, que se encontrava concentrada em alguns bolsões ao longo das seções avaliadas, enquanto que para 700°C este constituinte se encontrava mais bem distribuído espacialmente. Além disso, esta condição teve o maior grão ferrítico médio dentre todas as situações estudadas. Ao longo do recozimento, a presença de perlita foi muito mais intensa para as duas temperaturas de torção. Ocorreu muito pouca presença do constituinte MA para todas as condições, pois ainda que a temperabilidade dos aços em função da composição química pudesse ser semelhante, há mais um fator a ser considerado: a taxa de resfriamento, uma vez que estas foram resfriadas lentamente e dentro do forno.

O processamento do aço Nb-Ti após têmpera a 1200°C e torção a 700°C possibilitou a obtenção de uma microestrutura heterogênea, com forte presença de subestrutura e uma grande concentração dos precipitados ao longo das bandas de deformação. Com o aumento do tempo de recozimento este material apresentou uma tendência contínua de crescimento de grão e de queda na microdureza. Isto se deveu à diminuição da fração de MA e à dissolução dos precipitados.

O processamento do aço Nb-Ti após têmpera a 1200°C e torção a 740°C possibilitou a obtenção de uma microestrutura heterogênea, com forte presença de subestrutura. Ainda que os valores de microdureza possam ser considerados elevados no início do recozimento, com o acréscimo no tempo de recozimento o material apresentou uma forte tendência de queda na microdureza e crescimento de grão ferrítico. Isto se deveu ao baixo percentual de MA e à dissolução dos precipitados.

As condições consideradas mais interessantes para os dois aços foram no caso da têmpera a partir de 900°C e deformação a 700°C. O refinamento de grão ferrítico obtido através da deformação por torção associada ao tratamento térmico foi notável, quando não foi necessário o emprego de deformação muito intensa (1 em torção, equivalente a 60% em laminação) para a obtenção de um excelente nível de refinamento microestrutural. Isto se deveu fortemente à condição martensítica inicial. O limite de

resistência máximo obtido a partir da correlação com a microdureza atingiu a faixa de 660MPa.

Parece haver um limite de saturação à nucleação de novos grãos de ferrita, razão pela qual tanto o aço C-Mn quanto o Nb-Ti apresentaram tamanhos de grão e microdureza em faixas semelhantes, indicando que o processamento é o fator preponderante na obtenção destes resultados, não obstante o efeito dos precipitados do tipo (Nb-Ti)C,N e da cementita seja de considerável importância para várias situações. Os dois aços tiveram um ótimo refinamento de grão, sendo mais influenciados pelo tamanho de grão austenítico original, pela deformação por passe, pela taxa e temperatura de deformação do que pela composição química. A heterogeneidade inicial apresentada pelas amostras mostrou que o grau de deformação, temperatura e tempo de recozimento foram insuficientes para a ocorrência de recristalização homogênea e completa da ferrita.

A identificação e contagem de tamanho de grão ferrítico só se tornou confiável a partir da associação do analisador de imagens e das fotomicrografias obtidas do MEV, uma vez que há uma grande limitação de resolução do microscópio óptico e uma dificuldade de se identificar contornos de grão e diferenciar os constituintes nessa ferramenta. Associa-se a isto o fato de que a utilização da microscopia eletrônica de varredura oferece grandes recursos no que tange aos procedimentos de caracterização, agindo também como ferramenta adicional para verificação do dimensionamento.

A microscopia de força atômica serviu como um importante meio auxiliar para o trabalho de caracterização dos microconstituintes, especialmente pela ótima resolução das imagens tridimensionais e a possibilidade de se avaliar os aspectos de relevo microestruturais e de dimensões dos constituintes, ainda que o campo de abrangência visual seja limitado a pequenas áreas.

A utilização dos histogramas de distribuição dos tamanhos de grão ferrítico se mostrou extremamente válida enquanto forma de se obter informações mais abrangentes no que concerne à caracterização dimensional, uma vez que os agrupamentos das dimensões

em classes podem dar informações complementares a fim de aumentar o domínio/noção dos mecanismos que operam na formação dessas microestruturas.

A microscopia eletrônica de transmissão permitiu uma análise mais avançada das características microestruturais dos espécimes, ao permitir a identificação de defeitos estruturais, como células e emaranhados de deslocamentos, além da caracterização morfológica dos precipitados. A ocorrência de transformação de ferrita induzida por deformação e de mecanismos de restauração como a recuperação ou a recristalização de grãos ferríticos tornou-se evidente a partir do emprego dessa ferramenta. Também foi possível acompanhar a evolução das amostras durante o recozimento, já que uma eventual presença ou dissolução de precipitados não é facilmente perceptível por outros meios de microscopia.

O recozimento intercrítico permitiu a homogeneização microestrutural, ainda que para tempos mais longos o conseqüente crescimento de grãos ferríticos e queda na microdureza possam se tornar indesejáveis.

Através do uso de regressões lineares foi possível determinar equações empíricas que explicitam o efeito de cada um dos constituintes principais e dos parâmetros de processamento nas propriedades mecânicas finais.

Os parâmetros operacionais para produção de aços com grãos ultrafinos deduzidos dos ensaios de torção foram correlacionados através de uma proposta simples para a linha de produção de tiras. O ensaio de torção a quente computadorizado se mostrou um meio interessante e de simplicidade de execução para a simulação de esquemas dessa natureza ao fornecer informações sobre tensões de fluxo e deformações em cada passe e permitindo uma correlação com processos industriais de extrema importância, como a laminação.

RELEVÂNCIA DOS RESULTADOS

Foi desenvolvido um trabalho investigativo sobre a obtenção de aços de ARBL dotados de grãos ferríticos ultrafinos através de ensaios de torção a quente a partir de uma estrutura inicialmente martensítica (temperada). Esta associação sequencial entre têmpera, torção no campo bifásico e recozimento intercrítico não encontra paralelo na literatura, constituindo-se assim de um estudo original.

As equações empíricas aqui levantadas, relacionando progressivamente propriedades mecânicas e parâmetros de processo, como a influência do tempo de recozimento, tamanho de grão ferrítico médio e percentuais de constituintes e sua influência na dureza das amostras demonstra originalidade.

A abordagem de avaliação da configuração das curvas de fluxo, monitoramento das temperaturas de transformação de fase no resfriamento, caracterização por microscopia óptica, eletrônica de varredura, eletrônica de transmissão e de força atômica, contagem de tamanho de grãos ferríticos e de percentuais de constituintes através de análise de imagens, com posterior realização de ensaios de microdureza, envolvendo amostras pós torção e pós recozimento é de uma riqueza de informações antes não publicada.

Uma proposta inovadora de desenvolvimento de uma rota de obtenção de grãos ultrafinos com transposição para a planta industrial através de laminação é apresentada.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Estudar o comportamento de fluxo plástico dos materiais desenvolvidos neste trabalho através de ensaios de tração para o levantamento dos limites de escoamento, bem como ensaios de impacto para avaliar a energia absorvida e as características de fratura.

Caracterizar a matéria-prima por microscopia eletrônica de transmissão para verificar a presença de (carbo)nitretos nesta anteriormente ao processamento experimental e para verificar o efeito da austenitização na precipitação/dissolução desses (carbo)nitretos.

Investigar por microscopia eletrônica de transmissão as características microestruturais para a condição de têmpera a 1200°C e verificar a efetividade ou não da dissolução dos precipitados nesta faixa de temperatura de austenitização, bem como a configuração dos defeitos nas situações estudadas.

Avaliar de forma criteriosa os mecanismos responsáveis pela dissolução do constituinte MA e surgimento de perlita, como o estudo das taxas de resfriamento.

Desenvolver uma avaliação dimensional e morfológica dos precipitados de forma geral e das partículas de MA, bem como estabelecer um fator relacionado à sua distribuição espacial para ser levado em consideração quando do levantamento de equações empíricas mais apuradas, correlacionando as propriedades mecânicas, processamento e os constituintes.

Aprimorar a rota de processamento a fim de se obter uma maior homogeneidade microestrutural e o máximo possível de formação de ferrita via formação induzida por deformação, estabelecendo meios de fornecer um maior detalhamento sobre os processos de restauração, como recuperação e recristalização dinâmica em curso.

Desenvolver uma planta piloto em laminação com os parâmetros determinados neste trabalho e comparar os resultados para a retificação do modelo ou constatação de falhas ou inconsistências.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABE, T. et al., INTERNATIONAL CONFERENCE ON HSLA STEELS: METALLURGY AND APPLICATIONS, 1985, Beijing. **Proceedings...** Beijing: J. M. Gray et al., 1985, 103p.

ADACHI, Y., HINOTANI, S. **Ultrarefinement of Ferrite Grains in Low Carbon Steels by Modified Ausforming in Largely Supercooled Austenite Field.** INTERNATIONAL CONFERENCE ON PROCESSING & MANUFACTURING OF ADVANCED MATERIALS, THERMEC 2000, Las Vegas, USA. December 2000, p.77-82.

AMEYAMA, K. , MATSUMURA, N., TOKYZANE, M., Netsusyori; n.28, p. 233, 1988.

ANDREWS, K.W, Empyirical Formulae for the Calculation of Some Transformation Temperatures, **JISI**, v.203, p.721-727, 1965.

BELADI, H., KELLY, G.L., SHOKOUHI, A., HODGSON, P.D., Effect of thermomechanical parameters on the critical strain for ultrafine ferrite formation through hot torsion testing, **Materials Science and Engineering A**, 367, p.152-161, 2004.

BELYAKOV, A., SAKAI, T., MIURA, H., KAIBYSHEV, R., TSUZAKI, K. Continuous recrystallization in austenitic stainless steel after large strain deformation, **Acta Materialia**, v.50, n.6, p.1547-1557, April 2002.

BENGOCHEA, R., LÓPEZ, B., GUTIERREZ, I. Microstructural Evolution during the Austenite-to-Ferrite Transformation from Deformed Austenite. **Metallurgical and Materials Transactions**, v.29A, p.417-426, 1998.

BORATTO, F., YUE, S., JONAS, J. J., LAWRENCE, T. **Projeto de Esquemas de Laminação Controlada através de Ensaio de Torção Computadorizado**, In: SEMINÁRIO COLAM-ABM, SP. **Anais...** São Paulo, Brasil, setembro 1987, p. 65-81.

BOWDEN, J. W., SAMUEL, F. H., JONAS, J. J. Effect of Interpass Time on Austenite Grain Refinement by Means of Dynamic Recrystallization of Austenite, **Metallurgical Transactions A**, v. 22A, p. 2947-2957, Dec.1991.

BROPHY, J. H., ROSE, R. M., WULFF, J. *Ciência dos Materiais 2. Propriedades termodinâmicas*, Livros Técnicos e Científicos Editora, RJ, 1972, 186p.

CHEN, W. C., FERGUSON, D. E ., FERGUSON, H. S. Development of ultrafine grain steels using the maxstrain deformation simulator. 42nd MECHANICAL WORKING AND STEEL PROCESSING, Toronto, Canada, v.38, 2000, **Proceedings...**, Toronto, p.523-532.

CHOI, Y., CHOO, W., KWON, D. Analysis of mechanical property distribution in multiphase ultra-fine-grained steels by nanoindentation, **Scripta Materialia**, v.45, n.12, p.1401-1406, 2001.

CHOO, W., Progress in Metallurgy for Ultrafine Grained Steel in Korea (Hipers-21 Project) In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ULTRAFINE GRAINED STRUCTURES 2001, Uminonakamichi, Fukuoka, Japan. **Proceedings...** Fukuoka, Japan. The Iron and Steel Institute of Japan - ISIJ, September 20-20, 2001, p.76-81.

CHOO, W., UM, K., LEE, J. , SEO, D. , CHOI, J. Enhancement of Fine Ferrite Formation by Strain Induced Dynamic Transformation and Mechanical Properties of Fine Grained Steel, In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ULTRAFINE GRAINED STRUCTURES ISUGS 2001, Uminonakamichi, Fukuoka, Japan. **Proceedings...** Fukuoka, Japan. The Iron and Steel Institute of Japan - ISIJ, September 20-20, 2001, p.2-9.

CIZEC, P. ET AL., Effect of Strain on the Transformation Characteristics of Low Carbon Microalloyed Steels. In: Int. Conf. on Thermomechanical Processing of Steels and Other Materials , THERMEC' 97, Wollongong. **Proceedings...** Wollongong: Chandra, T. et al., TMS, 1997, p.875-881.

COTA, A. B. **Simulação da Laminação Controlada e Resfriamento Acelerado em um Aço ARBL Bainítico de Baixo Carbono através de Ensaio de Torção.** Belo Horizonte. 1998. 213p. Tese de Doutorado, CPGEM-EEUFMG.

COTA, A. B, LACERDA, C.A.M., OLIVEIRA, F.L.G., MACHADO, F.A., DA SILVA ARAÚJO, F.G. Effect of the austenitization temperature on the kinetics of ferritic grain growth under continuous cooling of a Nb microalloyed steel, **Scripta Materialia**, v. 51, n. 7, p. 721-725, October 2004.

DAVENPORT, S. B., HANLON, D. N., VAN DER ZWAAG, S. On the effect of fully reversed deformation on the austenite to ferrite phase transformation in C-Mn steel, **Scripta Materialia**, v. 46, p.413-417, 2002.

DEARDO, A J. Accelerated Cooling: A Physical Perspective. *Canadian Metallurgical Quarterly*, v.27, n.2, p.141-154, 1988.

DEBRAY, B. **Microstructure and Mechanical Properties of an as-Hot Rolled Carbon Manganese Ferrite-Bainite Sheet Steel.** Montreal, Canada. 1993. 121p. Thesis for the degree Master of Engineering, Department of Mining and Metallurgical Engineering, Mc Gill University.

DEBRAY, B., TERACHER, P., JONAS, J. J., Simulation of the hot rolling and accelerated cooling of a C-Mn Ferrite-Bainite Strip steel. **Metallurgical and Materials Transactions A** , v.26A, p. 99-111, 1995.

DEWSNAP, R. F. **J. Iron Steel Inst.**, v. 208, p. 727, 1970.

DIETER, E.G., Mechanical Metallurgy. New York:Ed.McGraw Hill, Inc 1st ed., 1961, 615p.

DIETER, E.G., Metalurgia Mecânica. Rio de Janeiro: Ed. Guanabara Koogan SA, 2^a ed., 1981, 653p.

GALIBOIS, A., KRISHNADEV, M., DUBÉ, A. Control of Grain Size and Substructure in Plain Carbon and High Strength Low alloy Steel- The Problem and the Prospect, **Metallurgical Transactions A**, v. 10A, p.985-995, August,1979.

HALDAR, A., RAY, R. K., MOHANTY, O. N. Warm Rolling and Recrystallization Textures in an IF and an ELC Steel. In: RECS 2001, FJI. **Proceedings...**, p.1089-1094.

HAN, B.Q., YUE, S., Processing of Ultrafine Ferrite Steels, **Journal of Materials Processing Technology**, 136, p. 100-134, 2003.

HANAMURA T., YAMASHITA, T., UMEZAWA, O., TORIZUKA, S., NAGAI, K. Improvement of Strength-and-Toughness Balance Through Ultrarefinement of Grain Size, , In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ULTRAFINE GRAINED STRUCTURES ISUGS 2001, Uminonakamichi, Fukuoka, Japan. **Proceedings...** Fukuoka, Japan. The Iron and Steel Institute of Japan - ISIJ, September 20-20, 2001, p. 228-231.

HAYASHI,T., SAITO, M., TSUZAKI, K., NAGAI, K. Formation of equiaxial fine ferrite grain structures through warm forging of low carbon martensite. 4TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON RECRYSTALLIZATION AND RELATED PHENOMENA (Rex99) **Proceedings...** The Japan Institute of Metals, 1999, p. 333-338.

HICKSON, M. R., GIBBS, R. K., HODGSON, P. D. The effect of chemistry on the formation of ultrafine ferrite in steel; **ISIJ International**, v.39, n.11, p. 1176-1180, 1999.

HIDAKA, H., TSUCHIYAMA, T., TAKAKI, S. Relation Between Microestructura and Hardness in Fe-C Alloys with Ultra Fine Grained Structure, **Scripta Materialia**, v. 44, p.1503-1506, 2001.

HONEYCOMBE, R. W. K., **Steels Microstructures and Properties**, London. Edward Arnold Pub. Ltd, 1980.

HONG, S. C., LIM, S. H., HONG, H. S., LEE, K. J., SHIN, D. H , LEE K. S., Effects of Nb on strain induced ferrite transformation in C–Mn steel, **Materials Science and Engineering A**, v. 355, n. 1-2, Pages 241-248, 25 August 2003.

HOU, H., GAO, H., LIU, Q., DONG, H., WENG, Y. Grain refinement by dynamic recrystallization during warm deformation in (γ + α)region of low carbon microalloyed steels. In: 42ND MECHANICAL WORKING AND STEEL PROCESSING CONFERENCE, 42nd MWSP, v.38, 2000 Toronto, Canada...**Proceedings...**, Iron & Steel Society, Warrendale PA, 22-25 October 2000, p.495-503.

HURLEY, P. J., HODGSON, P. D., MUDDLE, B. C. Analysis and characterisation of ultra-fine ferrite produced during a new steel strip rolling process, **Scripta Materialia**, v. 40, n.4, p.433-438, 1999.

HUANG, C. HAWBOLT, E. CHEN, X. MEADOWCROFT, T. MATLOCK, D., Flow Stress Modelling and Warm Rolling Simulation Behaviour of Two Interstitial-Free Steels in Ferrite Region , **Acta Materialia**, v. 49, p.1445-1452, 2000.

KAIBYSHEV, O. A. Producing ultrafine grain structure in large scale billets Aachen, Germany. In: RECRYSTALLIZATION AND GRAIN GROWTH, 2001, Aachen, Germany. **Proceedings...** First Joint International Conference on Recrystallization and Grain Growth. Berlin: Springer-Verlag, 2001., p.219-230.

KARJALAINEN, L. P., MACCAGNO, T. M. , JONAS, J. J. Softening and Flow Stress Behaviour of Nb Microalloyed Steels During Hot Rolling Simulation. **ISIJ International**, v.35, n.12, p.1523-1531, 1995.

KELLY, G. L., HODGSON, P. D. Ultrafine ferrite production by strain-induced transformation In: 42ND MECHANICAL WORKING AND STEEL PROCESSING CONFERENCE, 42nd MWSP, v.38, 2000 Toronto, Canada. **Proceedings...** Iron & Steel Society, Warrendale PA, 22-25 October 2000, p.515-522.

KELLY, G. L., HODGSON, P. D. The Production of Fine-grained austenite and ferrite in steels through thermomechanical processing. In: J.J. Jonas Symposium, THERMOMECHANICAL PROCESSING OF STEEL, 2000, Ottawa, Ontario, Canada. **Proceedings...** S. Yue, E. Essadiqi, August 20-23, 2000, p.335-349.

LUO, H. SIETSMA, J., VAN DER ZWAAG, S. Characteristics of the Static Recrystallization Kinetics of an Intercritically Deformed C-Mn Steel, **Materials Science Forum**, Vols.467-470(2004) p. 293-298.

MABUCHI, H., HASEGAWA, T., ISHIKAWA, T. Metallurgical features of steel plates with ultra fine grains in surface layers and their formation mechanism, **ISIJ International** 39 n. 5, p.477-485,1999.

MATSUMURA, Y., YADA, H. Evolution of Ultrafine-grained Ferrite in Hot Successive Deformation , **Transactions ISJI**, v.27, p.492-498, 1987.

MAZANCOVÁ, E., MAZANEC, K., Physical metallurgy characteristics of the MA constituent formation in granular bainite. **Journal of Materials Processing Technology** 64, p. 287–292, 1997.

MILLER, R. L. Ultrafine-Grained Microstructures and Mechanical Properties of Alloy Steels, **Metallurgical Transactions** v. 3, p.905-912, April 1972.

MONTGOMERY, D.C, PECK, E. A. **Introduction to Linear Regression Analysis**. New York: John Wiley and Sons, 1982, 504p.

MONTGOMERY, D.C. **Design and analysis of experiments**. New York: John Wiley and Sons, 3rd ed., 1991, 649p.

MORITO, S., IWAMOTO, S., MAKI, T. Microstructure of cold rolled martensite and ferrite in a ultra low carbon steel. In: RECRYSTALLIZATION AND GRAIN GROWTH, 2001, Aachen, Germany. **Proceedings...** First Joint International Conference on Recrystallization and Grain Growth. Berlin: Springer-Verlag, 2001, p.1191-1196.

MORRISON, W. B. The Effect of Grain Size on the Stress Strain Relationship in Low-Carbon Steel, **Transactions of the ASM**, v. 59, p.824-847, 1966.

NAGAI, K., Ultrafine-grained ferrite steel with dispersed cementite particles, **Journal of Materials Processing Technology**, v.117, n.3, p.329-332, 2001.

NAMBA, S., NOMURA, M., MATSUKURA, N., MAKII, K., SHIROTA, Y. Influence of Secondary α' on the Ductility of fine grained Steels Produced through Heavy Deformation in $\alpha + \gamma$ Dual Fase Region. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ULTRAFINE GRAINED STRUCTURES ISUGS 2001, Uminonakamichi, Fukuoka, Japan. **Proceedings...**Fukuoka, Japan. The Iron and Steel Institute of Japan - ISIJ, September 20-20, 2001, p. 286-289.

NIKURA, M., FUJIOKA, M., ADACHI, Y., MATSUKURA, A., YOKOTA, T., SHIROTA, Y. New concepts for ultra refinement of grain size in Super Metal Project, **Journal of Materials Processing Technology**, v.117, n.3, p. 341-346, November 2001.

NIKURA, M., HAGIWARA, Y., NAGAI, K., TSUZAKI, K., TAKAKI, S. Progress in Metallurgy for Ultra Refined Steel in Japan. In: ISUGS 2001, Uminonakamichi, Fukuoka, Japan. **Proceedings...**Fukuoka, Japan. The Iron and Steel Institute of Japan - ISIJ, September 20-20, 2001, p. 26-33.

PARKER, E. R., WASHBURN, J. Impurities and Imperfections, *ASM*, Metals Park, Ohio, 1955, 155p.

PERELOMA, E.V., BOYD, J.D. On the nature of "Raised ferrite" in a low-carbon microalloyed steel, **Scripta Materialia**, v. 34, p.703-706, 1996.

PERRY, A.C., THOMPSON, S. W., SPEER, J.G. Physical Metallurgy of Ferritic Hot Rolled Low Carbon Steel, **L & SM**, , p.47-57, September 2000.

PRIESTNER, R., IBRAHEEM, A. K. Ultra-fine grained ferritic Steel. In: J.J. JONAS SYMPOSIUM, THERMOMECHANICAL PROCESSING OF STEEL, 2000, Ottawa, Ontario, Canada. **Proceedings...** S. Yue, E. Essadiqi, August 20-23, 2000, p.351-364.

PUSSEGODA, L.N., JONAS, J.J., Comparison of Dynamic Recrystallization and Conventional Controlled Rolling Schedules by Laboratory Simulation, **ISIJ International**, v.31, n.3, p.278-288, 1991.

REDDY, G. M., MOHANDAS, T. Explorative studies on grain refinement of ferritic stainless steel welds, **Journal of Materials Science Letters**, v.20, p.721-723, 2001.

RODRIGUES, P. C. M., BRZUSZEK, R. K., SANTOS, D. B. Microstruture Characterization and Mechanical Properties of Ultra Fine Grained Ferrite Warm Rolling C-Mn Steel, In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ULTRAFINE GRAINED STRUCTURES ISUGS 2001, Uminonakamichi, Fukuoka, Japan. **Proceedings...**Fukuoka, Japan. The Iron and Steel Institute of Japan - ISIJ, September 20-20, 2001, p.138-141.

RODRIGUES, P. C. M. **Relação entre Microestrutura e Propriedades de um Aço ARBL Laminado a Quente com Resfriamento Acelerado**. Belo Horizonte, 1998, 277p. Tese de Doutorado, CPGEM-EEUFMG.

SAGE, A M., Physical Metallurgy of High Strength Low Alloy Line Pipe and Pipe Fitting Steels. **Metals Technology**, vol.10, p.224-233, June 1983.

SAITO, Y., UTSUNOMIYA, H., TSUJI, N., SAKAI, T. Novel ultra-high straining process for bulk materials development of the accumulative roll-bonding (ARB) process, **Acta Materialia**, v.47, n.2 , p.579-583, January 1999.

SAMUEL, F. H., YUE, S., JONAS, J. J., ZBINDEN, B. A. Modelling of Flow Stress and Rolling Load of a Hot Strip Mill by Torsion Testing, **ISIJ International**, v.29, n.10, p. 878-886, 1989.

SANTOS, D. B. **Refinamento de Grão Ferrítico Através da Laminação Controlada com Deformação na Região Bifásica ($\gamma+\alpha$)**. Belo Horizonte, 1991, 252p. Tese de Doutorado, CPGEM-EEUFMG.

SANTOS, D. B., BARBOSA, R. A. N. M. The determination of the critical temperatures of recrystallization and austenite transformation during hot rolling of microalloyed steels. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON RECRYSTALLIZATION IN METALLIC MATERIALS, Wollongong, Australia. **Proceedings...** The Minerals, Metals & Materials Society, 1990, Wollongong, Australia, p.399-404.

SANTOS, D. B., BARBOSA, R. A. N. M. O efeito da laminação a morno sobre a microestrutura e propriedades de um aço microligado submetido a recozimentos isotérmicos e intercríticos, **Metalurgia – ABM**, vol.43, p.279-283, 1987.

SANTOS, D. B., AZEVEDO, G. Mechanical Behavior of an Ultrafine Grained Nb-Ti Microalloyed Steel Produced by Warm Rolling and Intercritical Annealing. In: 2nd INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ULTRAFINE GRAINED STRUCTURES, Geelong, Victoria, Australia. **Proceedings...** 11-13 November 2003, IMEA, Institute of Materials Engineering Australasia , CD, 8p.

SEMIATIN, S. L., LAHOTI, G. D., JONAS, J. J. Application of the Torsion Test to Determine Workability, In: ASM Metals Handbook Vol.8 (Mechanical Testing), 9th Edition, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1985, p. 154-184.

SHIN, D. H., KIM, I., KIM, J., PARK, K. Grain Refinement Mechanism During Equal-Channel Angular Pressing of a Low Carbon Steel, **Acta Materialia**, v.49, p.1285-1292, 2001.

SCHINDLER, I., HADASIK, E. A new model describing the hot stress–strain curves of HSLA steel at high deformation, **Journal of Materials Processing Technology**, Vol. 106, Issues 1-3 , 31 October 2000, p. 131-135.

SIMIELLI, E. A., YUE, S., JONAS, J.J. Ferrite recrystallization in a plain carbon and two HSLA steels deformed in the intercritical region. In: MECHANICAL WORKING AND STEEL PROCESSING. **Proceedings...** Chicago, IL, December, **1989**. E.A Loria, TMS, Warrendale, PA, 1989, p.595-601.

SONG, R., PONGE D., RAABE, D., KASPAR R., Microstructure and crystallographic texture of an ultrafine grained C–Mn steel and their evolution during warm deformation and annealing, *Acta Materialia*, Volume 53, Issue 3, February 2005, p. 845-858.

TAMURA, I., OUCHI, C., TANAKA, T., SEKINE, H., Thermomechanical Processing of High Strength Low Alloy Steels, Butterworth & Co. Ltd., London, 1988, p.248

TANAKA, T. Four stages of the Thermomechanical Processing in HSLA Steel, INT. CONF. ON HIGH STRENGTH LOW ALLOY STEELS, AIME / Australiasian Inst. of Metals, Wollongong, Australia, Aug. 1984, p. 6-16.

TAKAKI, S. Understanding of Grain Refining Strengthening Based on Dislocations Pile-up model. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ULTRAFINE GRAINED STRUCTURES ISUGS 2001, Uminonakamichi, Fukuoka, Japan. **Proceedings...** Fukuoka, Japan. The Iron and Steel Institute of Japan - ISIJ, September 20-20, 2001, p.42-49.

TAKAKI, S., KAWASAKI, K., KIMURA, Y. Mechanical Properties of Ultra Fine Grained Steels. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON PROCESSING & MANUFACTURING OF ADVANCED MATERIALS THERMEC 2000. **Proceedings...** Las Vegas, Nevada, USA. TMS, T. Chandra, K. Higashi, C. Suryanarayana, C. Tome. December 4-8, p.1-6.

TAKAKI, S., IIZUKA, S., TOMIMURA, K., TOKUNAGA, Y. **Japan Institute of Metals** 11, 1991, p. 1151.

TIMOKHINA, I.B., NOSENKOV, A., JONAS, J.J., PERELOMA, E.V., In: Proc. Materials Science and Technology 2004, (26-29 September 2004), New Orleans, **Proceedings...** AIST/TMS, v. 1., p.543-552.

TIMOKHINA, I.B., JONAS, J.J., PERELOMA, E.V, **ISIJ Int.** ,45(6) (2005), 867-875.

TSUJI, N., UEJI, R., MINAMINO, Y. , SAITO, Y., A new and simple process to obtain nano-structured bulk low-carbon steel with superior mechanical property, **Scripta Materialia**, v.46, p.305-310, Febr 2002.

TSUJI, N., SAITO, Y., UTSUNOMIYA, Y., ITO, Y., UEJI, R. CAMP-ISIJ 13, 2000, p. 466.

UEJI, R. , TSUJI, N., SAITO, Y., MINAMINO, Y. Thermomechanical Processing Strating from MartensíticaStructure - A Novel Way to Obtain Ultrafine Grained High Strength Steels. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ULTRAFINE GRAINED STRUCTURES ISUGS 2001, Uminonakamichi, Fukuoka, Japan. **Proceedings...**Fukuoka, Japan. The Iron and Steel Institute of Japan - ISIJ, September 20-20, 2001,p.222-225.

UMEMOTO, M., GUO, Z. H., TAMURA, L. Effect of Cooling Rate on Gain Size of Ferrite in a Carbon Steel, **Materials Science Technology**, v.3, 1987, p.249-255.

VALIEV, R. Z., KORZNIKOV, A. V., MULYUKOV, R. R. Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation, Nanophase Materials; **Materials Science & Engineering A: Structural Materials: Properties, Microestruure and Processing**, v.A168, n. 2, 31, p. 141-148, August 1993.

VIEIRA, A. G., **Influência da Microestrutura inicial na fração volumétrica de austenita retida e propriedades mecânicas de aços multiconstituídos(0.33C-1.43Mn-1.49Si-0.52Mo e 0.53AlCr)**, Belo Horizonte jan 1999, p. 194 , Tese de Doutorado, CPGEM- EEUFMG.

WENG,Y., DONG, H. Ultra fine grain steels and their properties. In: 42ND MECHANICAL WORKING AND STEEL PROCESSING CONFERENCE, 42nd MWSP, v.38, 2000 Toronto, Canada. **Proceedings...** Iron & Steel Society, Warrendale PA, 22-25 October 2000 p.533-545.

WONACOTT, R.J., WONACOTT, T.H., **Fundamentos de Estatística**. Rio de Janeiro:Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. 1ed, 1985, 357p.

YADA, H. Prediction of Microstructural Changes and Mechanical Properties in Hot Strip Rolling. In: Int. Symp. On Accelerated Cooling of rolled Steel, 1987, Winnipeg. **Proceedings...**Winnipeg: Ruddle, G.E., Crawly, A.F., Pergamon Press, 1987, p.105-119.

YAKUBTSOV, I. A., BOYD, J. D., KIU, W. J., ESSADIQI, E. Strengthening Mechanism in dual-phase acicular ferrite + M/A microstructures. In: 42ND MECHANICAL WORKING AND STEEL PROCESSING CONFERENCE, 42nd MWSP, v.38, 2000 Toronto, Canada. **Proceedings...** Iron & Steel Society, Warrendale PA, 22-25 October 2000p.429-439.

YANG, Z. M., WANG, R. Z., DONG, H., CHEN, Q. A. Influence of Deformation Parameters on Deformation Induced Ferrite Transformation (DIFT) Temperature in Plain Low Carbon Steel. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ULTRAFINE GRAINED STRUCTURES ISUGS 2001, Uminonakamichi, Fukuoka, Japan. **Proceedings...**Fukuoka, Japan. The Iron and Steel Institute of Japan - ISIJ, September 20-20, 2001,p.112-115.

YANG, Z., ZHAO, Y., CHEN, Q., GAO, H., WANG, R., MA, Y. Formation of ultrafine ferrite grains in common carbon steels through low temperature heavy deformation. In: 42ND MECHANICAL WORKING AND STEEL PROCESSING CONFERENCE, 42nd MWSP, v.38, 2000 Toronto, Canada. **Proceedings...** Iron & Steel Society, Warrendale PA, 22-25 October 2000, p.505-513.

YI, J.J., KIM, I.S., Ferrite growth during slow cooling from the intercritical annealing of a dual-phase steel.**Scripta Metallurgica**,v.17, p. 299-302, 1983.