

Guilherme Rosati Mecelis

**Caracterização Mecânica e Microestrutural de Aços
Microligados Processados Industrialmente**

Ilha Solteira

2017

Guilherme Rosati Mecelis

**Caracterização Mecânica e Microestrutural de Aços
Microligados com Processamento Industrial**

Orientador: Prof. Dr. Juno Gallego

Coorientador: Prof. Dr. Cleiton Lazaro Fazolo de Assis

Dissertação de Mestrado apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia - UNESP - Campus de Ilha Solteira, como cumprimento de requisito para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Ilha Solteira

2017

FICHA CATALOGRÁFICA

Desenvolvido pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação

M486c Mecelis, Guilherme Rosati.
Caracterização mecânica e microestrutural de aços microligados processados industrialmente / Guilherme Rosati Mecelis. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2017
51 f. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia. Área de conhecimento: Caracterização Mecânica dos Materiais, 2017

Orientador: Juno Gallego
Co-orientador: Cleiton Lazaro Fazolo De Assis
Inclui bibliografia

1. Aços microligados. 2. Microestrutura. 3. Microdureza. 4. Processamento termomecânico.

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO DA DISSERTAÇÃO: Caracterização Mecânica e Microestrutural de Aços Microligados Processados Industrialmente

AUTOR: GUILHERME ROSATI MECELIS

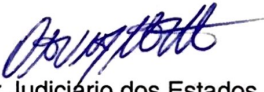
ORIENTADOR: JUNO GALLEGO

COORIENTADOR: CLEITON LAZARO FAZOLO DE ASSIS

Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em ENGENHARIA MECÂNICA, área: MATERIAIS E PROCESSOS DE FABRICAÇÃO pela Comissão Examinadora:


Prof. Dr. JUNO GALLEGO
Departamento de Engenharia Mecânica / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira


Prof. Dr. RUIS CAMARGO TOKIMATSU
Departamento de Engenharia Mecânica / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira


Prof. Dr. OTAVIO VILLAR DA SILVA NETO
Profissional Liberal / Perito Judicial da Poder Judiciário dos Estados

Ilha Solteira, 31 de julho de 2017

DEDICO

À minha mãe Daniela Rosati Nogueira e meu pai Daercy Teixeira Nogueira, que sempre foram exemplos para minha vida pessoal e profissional, que me apoiaram e incentivaram, possibilitando mais essa conquista.

AGRADECIMENTOS

À Deus,

pela força, conforto e amor incondicional.

Aos meus pais, familiares e amigos,

por todo apoio, compreensão, ajuda, conselhos e por todo carinho ao longo deste caminho.

Aos professores Dr. Cleiton Lázaro Fazolo de Assis e Dr. Juno Gallego,

por toda amizade, compreensão, apoio, auxílio, orientação e companheirismo na execução deste trabalho.

Aos grupos de pesquisa NUPEM, do IFSP de Votuporanga, e MAPROTEC, da UNESP de Ilha Solteira,

pelo apoio técnico e científico no desenvolvimento do trabalho.

Ao CNPQ, UNESP e IFSP,

pelo apoio financeiro para realização deste trabalho e participação em eventos.

“ Não existe triunfo sem perda, não há vitória sem sofrimento,
não há liberdade sem sacrifício. ” J.R.R. Tolkien

RESUMO

Os aços microligados são materiais já tradicionais e muito versáteis por suas propriedades mecânicas superiores, sendo sua evolução diretamente ligada com a otimização da composição química e do processamento termomecânico. É um tipo de aço que apresenta uma microestrutura refinada, alta resistência mecânica, boa usinabilidade e soldabilidade e tem substituído aços comuns por atingir essas propriedades mecânicas a partir de processos de fabricação mais baratos. Os aços estudados são comerciais, apresentam limite de escoamento entre 419 MPa e 646 MPa e grãos ferríticos finos com tamanhos inferiores a 3,70 μm . Neste trabalho são investigadas chapas industriais produzidas por laminação controlada, visando analisar a correlação entre a microestrutura ferrítico-perlítica e as propriedades mecânicas encontradas nas diferentes secções longitudinal, transversal e normal da chapa laminada. As diferenças entre as diferentes secções não são bem exploradas atualmente, então este estudo contribui para uma melhor compreensão da anisotropia introduzida pelo processamento termomecânico industrial. Foram feitas correlações entre as propriedades, confirmando a existência de diferenças estatisticamente significativas entre as secções, constatando que esses aços podem apresentar variações em suas propriedades de acordo com a secção de análise adotada. Foi confirmada a correlação de Hall-Petch nos aços estudados, e a influência dos mecanismos de endurecimento foi avaliada para estes materiais.

Palavras-Chaves: Aço microligado. Grãos ferríticos. Microestrutura. Microdureza. Processamento termomecânico.

ABSTRACT

Microalloyed steels are traditional materials and very versatile due to their superior mechanical properties, being its evolution directly linked with an optimization of the chemical composition and the thermomechanical processing. It is a type of steel that has a fine microstructure, high mechanical strength, good machinability and weldability, and has substituted common steels for achieving these mechanical properties with a cheaper manufacturing process. The studied steels are commercial and have yield strength between 419 MPa and 646 MPa and fine ferritic grains with size smaller than 3.70 μm . In this work are investigated industrial plates produced by controlled lamination, aiming to analyze the correlations between ferrite-perlitic microstructure and the mechanical properties found in the different sections of the hot rolled plate (longitudinal, transverse and normal). The differences between the different sections are not well explored, so this study contributes to a better understanding of the anisotropy introduced by industrial thermomechanical processing. Correlations were made between the properties, confirming the existence of significant differences between the different sections, finding that these steels may show different properties according to the section of analysis adopted. The Hall-Petch correlation was confirmed in the studied steels, and the influence of the hardening mechanisms was also evaluated.

Key words: Microalloyed steel. Ferritic grain. Microstructure. Microhardness. Thermomechanical processing.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	- Desenvolvimento de aços em tubulações como exemplo de pesquisas com aços ARBL (PTMC: Processo Termomecânico Controlado; RA: Resfriamento Acelerado; TD: Têmpera Direta).....	14
Figura 2	- Estágios da laminação controlada.....	16
Figura 3	- Precipitação interfásica em aço microligado com vanádio.....	18
Figura 4	- Dependência do tamanho do precipitado (X) e sua fração no endurecimento por precipitação no segundo modelo de Ashby-Orowan, comparado com experimentos para algumas adições de microligantes.....	21
Figura 5	- Secções da chapa laminada adotadas para o estudo, sendo: L-Longitudinal, N-Normal e T-Transversal.....	24
Figura 6	- Microscópio eletrônico de varredura (MEV).....	25
Figura 7	- Amostras de cada uma das 3 secções ao final da preparação.....	26
Figura 8	- Passos de preparação e análise das imagens. (a) Imagem original; (b) Imagem com contornos reforçados; (c) Resultado de mapa de áreas no ImageJ.....	27
Figura 9	- Exemplos de grãos ferríticos e suas respectivas circularidades.....	28
Figura 10	- Ultra microdurômetro (DUH).....	29
Figura 11	- Ilustração do porta amostra do ultra microdurômetro.....	30
Figura 12	- Micrografias obtidas no MEV.....	32
Figura 13	- Distribuição de frequência dos tamanhos de grão nos aços microligados.....	34
Figura 14	- Histograma representando a porcentagem de grão em faixas de tamanho.....	35
Figura 15	- Representação da relação de Hall-Petch para diversos materiais em comparação com os estudados.....	37
Figura 16	- Distribuição de frequência das circularidades nos aços microligados.....	39
Figura 17	- Gráfico das parcelas de limite de escoamento calculado e estimado por precipitação.....	45

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	- Elementos de liga utilizados nos aços.....	15
Tabela 2	- Composição dos aços utilizados (%p).....	23
Tabela 3	- Tamanhos de grão medidos e limite de escoamento.....	33
Tabela 4	- Análise anova para os tamanhos de grão nos aços em relação à secção.....	35
Tabela 5	- Comparações de diferença estatística do tamanho de grão entre as secções estudadas em cada aço e global.....	36
Tabela 6	- Dados extraídos de fontes externas para comparação.....	37
Tabela 7	- Comparações de diferença estatística do tamanho de grão entre os aços estudados.....	38
Tabela 8	- Circularidade dos grãos nos aços avaliados.....	39
Tabela 9	- Análise anova para a circularidade nos aços em relação à secção.....	40
Tabela 10	- Comparações de diferença estatística da circularidade de grão entre as secções estudadas em cada aço e global.....	40
Tabela 11	- Comparações de diferença estatística da circularidade de grão entre os aços estudados.....	41
Tabela 12	- Microdureza nos aços avaliados.....	42
Tabela 13	- Análise anova para a microdureza nos aços em relação à secção.....	42
Tabela 14	- Comparações de diferença estatística da microdureza entre as secções estudadas em cada aço e global.....	42
Tabela 15	- Comparações de diferença estatística da microdureza entre os aços estudados.....	43
Tabela 16	- Influência do material e secção nas propriedades analisadas.....	44
Tabela 17	- Limites de escoamento calculado por Pickering, total do fabricante, e estimado por precipitação + discordâncias.....	45

LISTA DE SÍMBOLOS

- $\%p$ - Porcentagem em peso
- σ_y - Limite de escoamento
- σ_o - Resistência intrínseca do ferro na ferrita
- k_y - Coeficiente de resistência de contorno de grão
- d - Tamanho de grão (diâmetro equivalente)
- $\Delta\sigma_{SS}$ - Aumento de resistência por solução sólida
- $\Delta\sigma_{GS}$ - Aumento de resistência por tamanho de grão
- $\Delta\sigma_{dis}$ - Aumento de resistência por discordâncias
- $\Delta\sigma_{ppt}$ - Aumento de resistência por precipitação

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	10
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	11
2.1	HISTÓRICO DOS AÇOS MICROLIGADOS.....	11
2.2	AÇOS MICROLIGADOS.....	14
2.3	COMPOSIÇÃO QUÍMICA E PRECIPITAÇÃO NOS AÇOS MICROLIGADOS..	16
2.4	MECANISMOS DE ENDURECIMENTO NOS AÇOS MICROLIGADOS.....	19
2.5	MODELOS DOS MECANISMOS DE ENDURECIMENTO.....	22
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	23
3.1	CORPOS DE PROVA.....	23
3.2	PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	24
3.3	CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA.....	25
3.4	CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA.....	29
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	31
4.1	TAMANHO DE GRÃO.....	31
4.2	CIRCULARIDADE.....	38
4.3	MICRODUREZA.....	41
4.4	INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROESTRUTURAIS.....	43
4.5	MECANISMOS DE ENDURECIMENTO.....	44
5	CONCLUSÕES.....	46
	REFERÊNCIAS.....	47

1 INTRODUÇÃO

O primeiro aço industrial com características de microligado foi lançado no mercado em 1958, pela *National Steel Corporation* dos Estados Unidos, mas o termo microligado tem sua menção relacionada à publicação de Beiser (1959).

Os aços microligados são materiais muito utilizados atualmente e uma simples busca no *google academics*, que retorna mais de dez mil artigos nos últimos cinco anos, mostra que são muito estudados. Dentre suas aplicações mais gerais podem ser listadas as indústrias automotivas (BHATTACHARYA, 2014), tubulações em oleodutos (MORALES, 2013), chapas (GORNI, 2015) e na construção de pontes (SHIM, 2011), mostrando que esse material vem ganhando espaço no mercado gradualmente.

Estudos como o de Show (2010) mostram que os aços microligados vem sendo utilizados para diminuir custos de produção, devido à sua microestrutura mais refinada e resistência superior comparado aos aços convencionais, possibilitando que etapas da produção sejam encurtadas ou eliminadas chegando a um produto final com resistência igual ou superior à adquirida com aços convencionais em processos mais complexos.

De forma geral, esses estudos abordam as características dos aços microligados como um material homogêneo, mas há também trabalhos como os de Ebrahimi (2008) que estudam a anisotropia nesses aços. Embora em menor quantidade, trabalhos desse tipo abordam as propriedades dos aços microligados considerando diferentes secções de análise.

Este trabalho tem por objetivo investigar as propriedades mecânicas e microestruturais de aços microligados comerciais, considerando a direção de laminação de diferentes secções, possibilitando uma avaliação dos diversos aspectos associados a esse tipo de material.

Essa avaliação é importante pois evidencia as diferenças entre as secções e comprova a influência da escolha da secção de corte do material no estudo dos aços microligados. Características como a relação de Hall-Petch, os mecanismos de endurecimento e a morfologia dos grãos ferríticos existente nos materiais foram realizados neste estudo, permitindo correlacionar as características das secções, a fim de caracterizar o nível de anisotropia existente nas diferentes secções analisadas das chapas laminadas.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 HISTÓRICO DOS AÇOS MICROLIGADOS

O principal desenvolvimento desses aços se deu no decorrer dos últimos 60 anos e inicialmente era focado na adição de nióbio. O termo microligado, aplicado aos aços, é amplamente aceito e se remete à publicação de Beiser, que documentou os resultados de pequenas adições de nióbio a aços carbono comerciais (BEISER, 1959). Entretanto, não havia sido reconhecido que o uso de microligantes ocorreu primeiro por volta de 35 anos antes, quando pequenas porções de zircônio foram adicionadas à um aço carbono, e os efeitos foram documentados por Field (1923) e por Beckett (1923).

Assim como muitas outras inovações científicas e tecnológicas, as guerras também eram a força que impulsionava o desenvolvimento dos aços com zircônio. Durante um período de poucos anos que precederam a entrada dos Estados Unidos na Primeira Guerra Mundial em 1918, a US War Industries Board decidiu sobre um programa experimental intenso que almejava a possível produção em larga escala de aço com zircônio para armadura leve. Porém, isso foi aparentemente descontinuado quando o conflito terminou, e o interesse se voltou aos aços baixa liga temperados e revenidos, normalmente contendo adições de cromo, molibdênio e vanádio de 0,5 a 3%p. (BAKER, 2016)

Muitos dos primeiros trabalhos no aço microligado com nióbio, que reemergiu no fim dos anos 50 e início dos anos 60, foi concentrado nos Estados Unidos e Reino Unido. No Reino Unido, a Universidade de Sheffield, a Associação Britânica de Ferro e Aço baseada em Sheffield e os Laboratórios Swinden da United Steel Corporation, localizado próximo a Rotherham, fizeram contribuições significantes para o desenvolvimento dos aços microligados através de diversos estudos. A história desse desenvolvimento foi bem documentada numa excelente revisão de Morrison (2009), que, junto a Woodhead (MORRISON, 1963), representou um importante papel no entendimento do papel do carboneto de nióbio na contribuição para o aumento de resistência por dispersão e o refinamento de grão ferrítico, levando a resistências maiores do que as encontradas em aços comuns.

Em 1958, foi anunciado no *Journal of Metals* que a Great Lakes Steel Corporation, uma divisão da National Steel Corporation dos Estados Unidos, tinha entrado no mercado com sua série GLX-W de aços-nióbio tratados, a primeira companhia no mundo a fazer isso. O que fez esse avanço tão especial foi a pequena quantidade de nióbio adicionado, 0,005 a

0.03%p, o grande efeito de aumento de resistência, combinado com boa tenacidade. Ainda, o nióbio foi adicionado à um aço C-Mn comum e aumentou sua resistência de 300 MPa para 415 MPa aproximadamente, para a classe GLX-60-W, equivalente a um aço liga convencional. (MORRISON, 2009)

A história mostrou que alguns dos grandes avanços devem seu sucesso à chance de aparição simultânea de vários fenômenos aparentemente diferentes. Esse foi certamente o caso dos aços microligados. A propaganda da Great Lake Steel Corporation nos Estados Unidos ocorreu na mesma década que a série de publicações por Hall (1951), Petch (1953) e Cottrell (1954), que proveram o primeiro entendimento real dos fatores que controlam a resistência e a tenacidade e materiais cristalinos.

A equação de Hall-Petch convenientemente permite que o limite de escoamento seja relacionado com o tamanho do grão ferrítico:

$$\sigma_y = \sigma_o + k_y d^{-1/2} \quad (1)$$

Onde σ_o e k_y são constantes experimentais. A equação de Hall-Petch será melhor estudada posteriormente.

No mesmo período, o desenvolvimento dos microscópios eletrônicos de transmissão (MET) de alta resolução (0,8nm), como o Siemens Elmiskop I, permitiu o estudo da precipitação de partículas de segunda fase em aços de baixa liga temperados e revenidos. Micrografias eletrônicas são utilizadas em diversos trabalhos vindos dos Estados Unidos antes disso. Estas eram principalmente sobre aços, mas além de utilizar uma resolução maior do que a disponível comparada com o microscópio ótico, pouco foi feito para melhorar a interpretação das imagens geradas a partir da difração do feixe de elétrons; tal fato se deve principalmente pelos estudos se basearem em superfícies. Seguindo o trabalho pioneiro de Heidenreich em 1949, Hirsch (1971) conseguiu preparar em Cambridge lâminas finas (thin foils) de diversas ligas, incluindo aços. As teorias de contraste de difração cinética e dinâmica foram desenvolvidas no decorrer dos anos, o que permitiu que detalhes de características observadas em amostras de TEM, como contornos de grão, discordâncias e precipitados, fossem interpretadas. (HIRSCH,1986)

Ao longo das duas últimas décadas, a técnica de difração de espalhamento de elétrons retroespalhados, originalmente concebida para o TEM, tem sido amplamente utilizada com um microscópio eletrônico de varredura (MEV) para obter informações sobre detalhes de

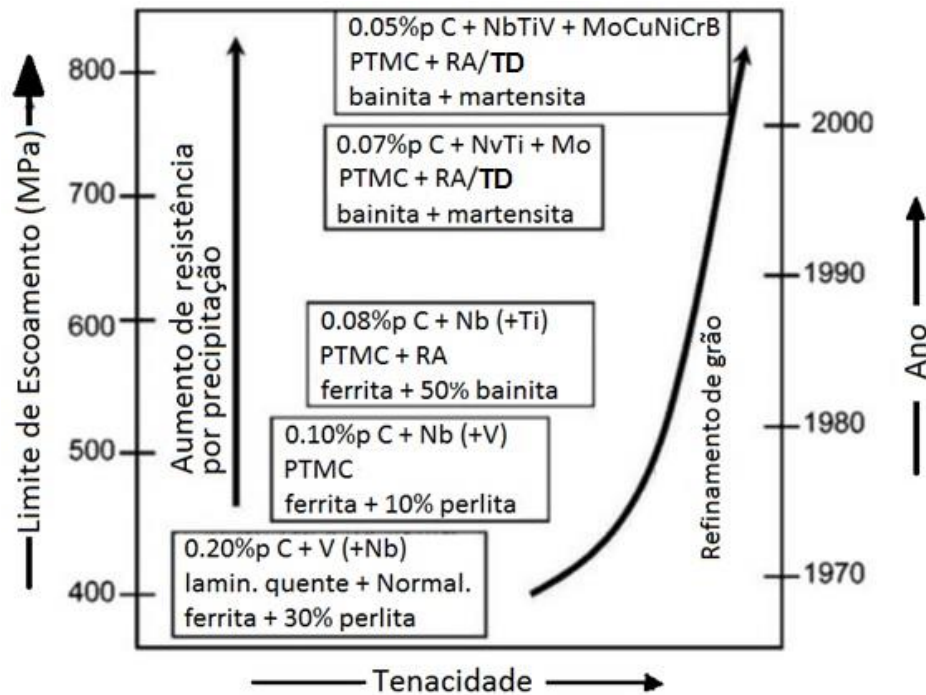
grãos e sub-grãos e particularmente seus contornos (RANDLE, 2008), através da disponibilidade de um software. Isso proporcionou oportunidades para quantificar o que antes eram consideradas fases complexas, como a bainita e a martensita/austenita, que são constituintes importantes em aços modernos de alta resistência e alta tenacidade.

Um outro fator foi a evolução associada à fabricação de aço e laminação a quente, sendo esta última a principal rota para a produção de aços microligados. Novos procedimentos mais controlados foram necessários para garantir que os aços alcançassem suas potenciais propriedades. Isto envolveu um conhecimento dos limites de solubilidade dos carbonetos e nitretos de nióbio (GLADMAN, 1999), para diminuir a quantidade de precipitados que se formam durante a fundição favorecendo a precipitação fina na austenita e interfásica devido ao processamento controlado. Isso frequentemente envolveu a execução de poços de imersão em temperaturas mais altas do que a prática normal. Além disso, logo se tornou evidente que o número de passes de laminação e sua temperatura precisavam ser controlados e foi então que se recorreu à "laminação controlada" (TAMURA, 2013). Em pouco tempo, isso levou à introdução do controle computacional em muitos outros aspectos da produção de aço e, mais tarde, à aplicação dos resultados da modelagem computacional acadêmica para auxiliar todo o complexo processo de obtenção de grãos ferríticos finos, menores que 10 micrometros, e homogêneos. (SELLARS, 1990)

A Figura 1 representa esquematicamente como a microestrutura e as propriedades das chapas de aço mudaram no decorrer do tempo com o avanço na concepção da liga e do processamento.

Fica evidente na Figura 1 que o resfriamento acelerado após a laminação foi a variável de maior influência por atingir grandes aumentos de resistência, praticamente independentemente da composição. Com práticas adequadas de resfriamento, os níveis de limite de escoamento de até 690 MPa podem ser alcançados em aços baixo carbono contendo até 2%p de Mn e com carbono equivalente. (DEARDO, 2001).

Figura 1 - Desenvolvimento de aços em tubulações como exemplo de pesquisas com aços ARBL (PTMC: Processo Termomecânico Controlado; RA: Resfriamento Acelerado; TD: Têmpera Direta)



Fonte: Adaptado de Baker (2016).

2.2 AÇOS MICROLIGADOS

Os aços de alta resistência e baixa liga (ARBL), ou microligados, são desenvolvidos para fornecer melhores propriedades mecânicas do que o aço carbono convencional, mas não são considerados aços liga no senso comum pois eles são projetados para atingir preferencialmente certas propriedades mecânicas, ao invés de definir apenas as composições químicas, apresentando limites de escoamento acima de 275 MPa. (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERILAS- ASTM, 2001)

Aços microligados possuem tipicamente entre 0,05 a 0,12%p de Carbono, até 2%p de Manganês e pequenas adições de Nióbio, Titânio e Vanádio, normalmente até 0,1%p. Outros elementos também podem estar presentes na liga, tais como Molibdênio, Zircônio, Bóro, Alumínio e Nitrogênio, entre outros elementos mais raros. (DEGARMO, 2003)

Show (2010) explica que os aços microligados não precisam de tantos processos a frio quanto outros aços carbono para atingir a mesma resistência; isso também leva a uma melhor ductilidade e que aços microligados trabalhados a quente podem ser usados com simples resfriamento ao ar. Se um resfriamento controlado for utilizado, o material pode alcançar propriedades mecânicas similares aos aços temperados e revenidos.

Vervynct (2012), compilou uma tabela útil de elementos de liga normalmente presentes em aços microligados, os quais, com a adição de zircônio e boro, estão reproduzidos na Tabela 1. Os elementos microligantes são usados para refinar a microestrutura granular e/ou facilitar a dispersão do aumento de resistência através de precipitações. Eles são normalmente conhecidos por um baixo efeito de endurecimento.

Tabela 1 - Elementos de liga utilizados nos aços.

Elemento	%p no aço	Influência
C - Carbono	< 0,25	Aumenta a resistência Forma carbonetos e carbonitretos
Mn - Manganês	0,5 – 2,0	Retarda a decomposição da austenita durante o resfriamento acelerado Diminui a temperatura de transição de dúctil a frágil Forte formador de sulfeto
Si - Silício	0,1 – 0,5	Desoxida o aço derretido Aumenta a resistência por solução sólida.
Al - Alumínio	< 0,02	Desoxida Limita o crescimento de grão como AlN
Nb - Nióbio	0,02 – 0,06	Aumenta muito a resistência na ferrita Retarda a transformação ferrita-austenita
Ti - Titânio	0 – 0,06	Controla o tamanho de grão ferrítico como TiN Aumenta muito a resistência na ferrita
V - Vanádio	0 – 0,10	Aumenta muito a resistência na ferrita
Zr - Zircônio	0,002 – 0,05	Controla o tamanho de grão ferrítico como carbonitreto Forte formador de sulfeto
N - Nitrogênio	< 0,012	Forma nitretos e carbonitretos.
Mo - Molibdênio	0 – 0,03	Promove a formação de bainita Aumenta a resistência na ferrita
Ni - Níquel	0 – 0,5	Aumenta a resistência à fratura
Cu - Cobre	0 – 0,55	Melhora a resistência à corrosão Aumenta a resistência na ferrita
Cr - Cromo	0,1 – 0,25	Com o Cu, Aumenta a resistência à corrosão atmosférica.
B - Boro	0 – 0,0005	Promove a formação de bainita.

Fonte: Adaptado de Vervynct (2012).

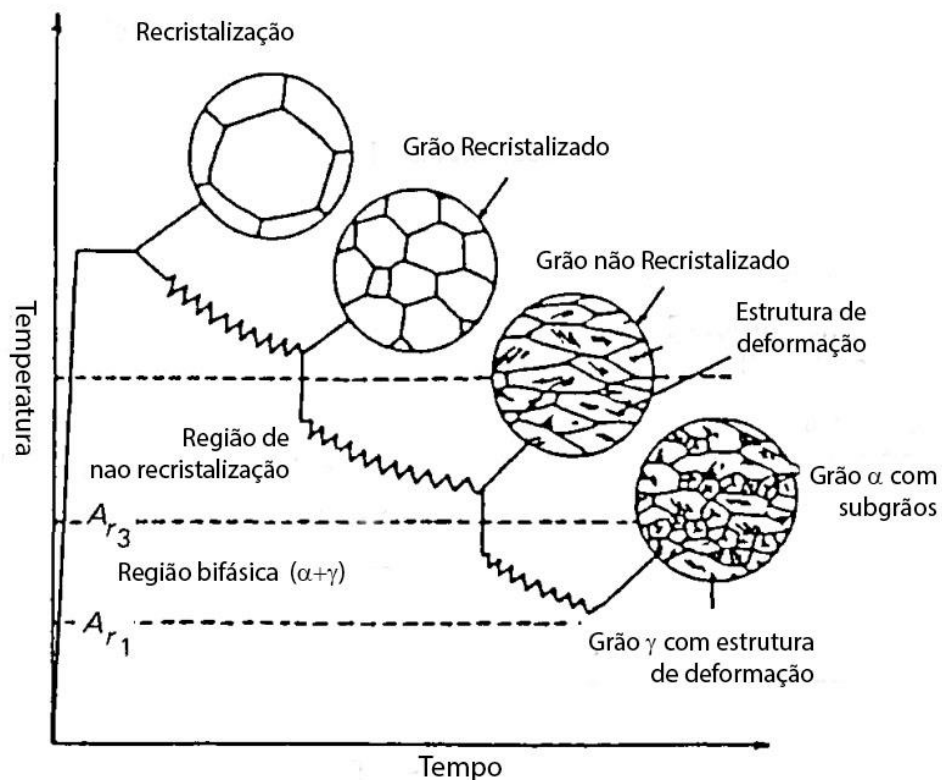
Adições controladas de enxofre, e ocasionalmente telúrio, são também utilizadas para melhorar a usinabilidade. O objetivo original era desenvolver alta resistência e tenacidade em aços ferrítico-perlíticos na condição como foram produzidos. Devido às suas propriedades mecânicas superiores, eles possibilitaram projetos

mais eficientes, com performances melhoradas, mesmo sob condições severas. Posteriormente, permitiram reduções em pesos de componentes e custos de manufatura. (VERVYNCT, 2012)

Nos aços microligados, o consumo de FeNb cresceu bastante nos últimos 25 anos, e a maior parte desse crescimento foi notada no decorrer de 10 anos. Além disso, o desenvolvimento de aços microligados foi muito maior e mais rápido em produtos planos do que para produtos longos. (BAKER, 2016)

O material é produzido preferencialmente pelo processo termomecânico de laminação, também conhecido como laminação controlada, esquematizado na Figura 2, possivelmente com resfriamento acelerado, que maximiza o refinamento de grãos como base para melhorar as propriedades mecânicas. Antes do processamento termomecânico, o aço é aquecido até a região austenítica para que todos precipitados entrem em solução; após a conformação, o material deve ser rapidamente resfriado para 600 a 580°C. (DEGARMO, 2003)

Figura 2 - Estágios da laminação controlada.



Fonte: Tamura (2013).

2.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA E PRECIPITAÇÃO NOS AÇOS MICROLIGADOS

A questão proposta por DeArdo (2001) sobre qual seria o papel dos elementos micro ligantes na obtenção do aumento de resistência nesses aços é respondida considerando os primeiros aços, antes dos anos 80, quando eram utilizadas chapas resfriadas a ar e bobinas de

tiras quentes. Estes eram aços com resistências até aproximadamente 420MPa para espessuras de até 18mm. A variável mais óbvia para o aumento de resistência era o refino de grão, como era claramente mostrado pela quantidade de microscopias óticas. Não há dúvidas que os elementos microligantes (EML) foram responsáveis por essa contribuição através de seu efeito no condicionamento da austenita. Outras contribuições incluíam o aumento de resistência por solução sólida pelo Mn, Si e outros, inclusive os EML, quando retidos em solução. Equações foram publicadas quantificando esses efeitos. (GLADMAN, 1999)

A outra contribuição para a resistência, clamada por pesquisadores estudando esses primeiros aços, foi o endurecimento por dispersão pela transição de carbonetos e nitretos metálicos. (BAKER, 2016)

A precipitação de carbonitretos ocorre em três estágios diferentes durante o processamento dos aços microligados. Os precipitados Tipo I são formados na fase líquida e durante a solidificação, na interface líquido/sólido na ferrita delta. Esses precipitados são muito estáveis e, enquanto são muito grandes para influenciar a recristalização da austenita, os menores podem retardar eficazmente o crescimento da austenita durante o reaquecimento. (HOUGHTON, 1982)

As partículas de Tipo II são precipitados na austenita após o ciclo térmico e durante deformação a quente, enquanto a temperatura cai. Os precipitados podem retardar a recristalização da austenita. O refino de grão nos aços microligados é devido principalmente à esse grupo de partículas. (WEBSTER, 1962)

Por fim, as partículas Tipo III são formadas durante ou após a fase de transformação de austenita em ferrita, nucleando na interface ferrita/austenita e na ferrita. O aumento de resistência por dispersão na ferrita ocorre normalmente através dessas mudanças, e uma dispersão de precipitado fino é normalmente observado (EDMONDS, 1978)

Diversos processos de nucleação de precipitados têm sido reconhecidos em aços microligados, estes incluem precipitações homogêneas, resultando em precipitados coerentes com campos de deformação, levando a precipitados semi coerentes e incoerentes, precipitados heterogêneos em contornos de grão e discordâncias, onde este último é frequentemente referido como precipitação induzida por deformação (BAKER, 2016)

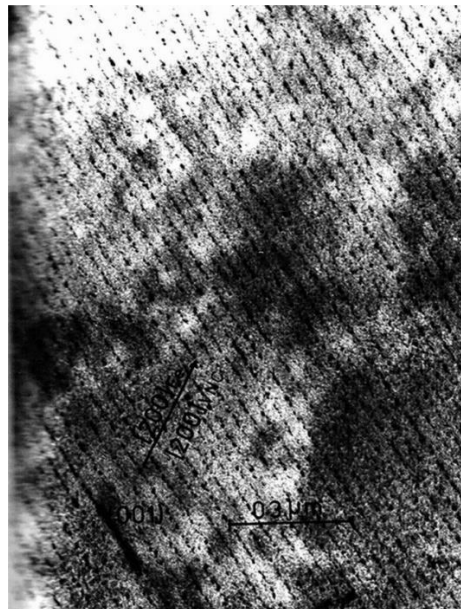
Um agrupamento de átomos pré precipitação, nano precipitados, descritos como “aglomerações” em aços microligados, tem recebido crescente atenção na última década devido ao desenvolvimento da tomografia por sonda de átomos (APT), ocasionando o surgimento de diversos estudos de APT em aços microligados com nióbio (BREEN, 2014)

A precipitação interfásica ocorre durante a transformação da austenita para ferrita e é encontrada, com possível exceção do ZrC e ZrN, para todos carbonitretos dos metais de transição, bem como para precipitados de prata e cobre nos aços (BAKER, 2016). Dunne (2010) aponta que muitos estudos de Honeycombe e seus companheiros, geralmente com aços de laboratório ternários ou quaternários altamente ligados, e frequentemente em condição de tratamento isotérmico, produzindo altas frações volumétricas de precipitados, foram realizados para elucidar os mecanismos fundamentais da precipitação interfásica. Estes são resumidos em termos da morfologia que tem sido estabelecida:

- (i) Precipitação interfásica
- (ii) Fibra contínua / Crescimento de rede
- (iii) Precipitação da ferrita supersaturada

A precipitação interfásica é tipificada por lâminas paralelas de folhas densamente povoadas, relacionadas à ferrita, e aparentam ter um espaçamento regular (Figura 3). As fibras contínuas compreendem lâminas paralelas, semelhantes a uma perlita muito fina. (BAKER, 1992)

Figura 3 - Precipitação interfásica em aço microligado com vanádio.



Fonte: Baker (1992).

Embora a precipitação interfásica esteja bem estabelecida em aços transformados isotermicamente, parece ser menos importante nos aços microligados laminados com Nb e Ti-Nb processados comercialmente. (LAGNEBORG, 2014)

2.4 MECANISMOS DE ENDURECIMENTO NOS AÇOS MICROLIGADOS

A princípio, a resistência do aço recebe contribuições de diversos mecanismos como a resistência intrínseca do ferro na ferrita, o aumento de resistência por solução sólida, por precipitação, pelo tamanho de grão e por discordâncias (MISRA, 2005). Assim, o limite de escoamento pode ser expresso por:

$$\sigma_y = \sigma_o + \Delta\sigma_{SS} + \Delta\sigma_{GS} + \Delta\sigma_{dis} + \Delta\sigma_{ppt} \quad (2)$$

Na equação (2), a resistência é expressa como uma simples soma linear de mecanismos de fortalecimento, e tem sido aplicada a diversos casos para identificar as diferentes influências em aços bainíticos. (ZAJAC, 2003)

Charleux et al. (2001) discute a validade dessa soma de mecanismos expressando o grau de fortalecimento no caso de aço bainítico de baixo carbono Nb-Ti. De acordo com ele, é necessário considerar o tamanho da banda de deslizamento e a força de influência de obstáculos. Se estes são significativamente diferentes, a adição linear seria apropriada. Por exemplo, a Resistência de ligas ferrosas é devida ao fortalecimento por solução sólida e tamanho de grão.

Abaixo são melhores explicados cada um dos mecanismos apresentados.

- Resistência intrínseca do Ferro (σ_o)

A resistência do Ferro na ferrita, sem impurezas significativas, foi estimado entre 85 e 88 MPa em aços ferríticos de baixo carbono, e pode ser considerada como a resistência de base na qual outros componentes serão adicionados para uma estimativa do limite de escoamento. (ROYAL INSTITUTE OF TECHNOLOGY, 2002)

- Endurecimento por solução sólida ($\Delta\sigma_{SS}$)

O aumento da resistência por solução sólida se dá pela diferença de tamanho entre os átomos do soluto e da solução e o campo de tensão que interfere com as discordâncias conforme elas se deslocam através da rede ocasionando um fluxo plástico. O fator mais significativo por trás da solução sólida parece ser a diferença de tamanho entre os átomos do solvente (Fe nos aços) e do soluto, mas há evidências que diferenças no módulo de cisalhamento e a relativa diferença química contribuem para o aumento de resistência por

solução sólida. Embora muitos dos fatores que contribuem para o movimento de discordâncias sejam conhecidos e tenham sido avaliados em estudos experimentais, ainda não existe uma teoria completa e, portanto, ainda não é possível prever o efeito de aumento de resistência de um determinado elemento a princípio. (GLADMAN, 1999).

- Endurecimento por tamanho de grão ($\Delta\sigma_{GS}$)

O refino de grão é o método mais bem estabelecido de aumento de resistência nos aços, bem como em outros metais. A equação de Hall-Petch, apresentada na Equação (1) descreve a relação entre o tamanho de ferrítico e o limite de escoamento. Essa relação tem se mostrado válida para tamanhos de grão maiores que 1 μ m. (HALFA, 2014)

- Endurecimento por discordâncias ($\Delta\sigma_{dis}$)

Um aumento na densidade das discordâncias resulta num aumento de resistência, pois movimentos e produções de discordâncias tornam-se mais difíceis posteriormente. (BHADESHIA, 1992) A relação entre a densidade de discordâncias e o aumento de resistência pode ser descrito por:

$$\Delta\sigma_{dis} = \beta Gb(\rho)^{1/2} \quad (3)$$

Onde $\Delta\sigma$ é o aumento no limite de escoamento, β é uma constante que expressa a probabilidade de interação entre as discordâncias, b é o vetor de Burgers, G é o módulo de cisalhamento e ρ é a densidade de discordâncias.

De acordo com Takahashi (1990), pode ser assumido que para aços microligados a densidade de discordâncias depende principalmente da temperatura de transformação através da influência desta na resistência das fases iniciais e finais e do processamento termomecânico imposto ao aço microligado.

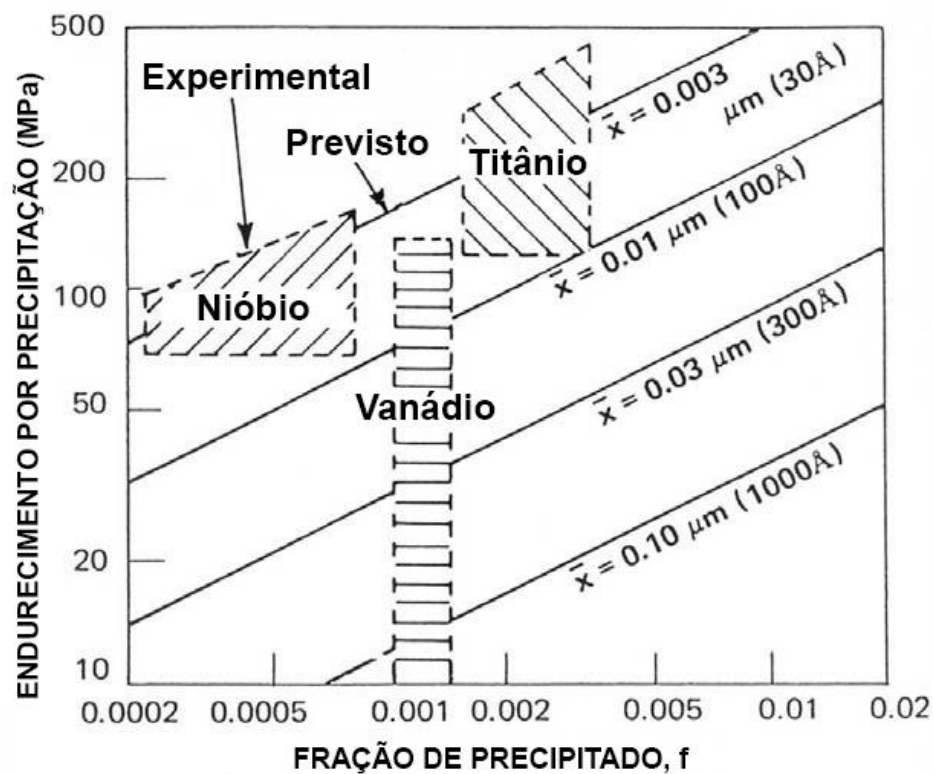
Wang (2001) reporta um valor de 10^{14} m^{-2} para densidade de discordâncias, atribuindo a um valor de limite de escoamento de aproximadamente 145MPa e diz que a densidade de discordâncias parece aumentar com a diminuição da temperatura de transformação.

- Endurecimento por precipitação ($\Delta\sigma_{ppt}$)

O efeito de aumento de resistência por precipitações depende de sua interação com as discordâncias. Basicamente, o aumento da resistência por precipitação é alcançado

produzindo uma dispersão de partículas que causam um efeito de ancoramento dos contornos de grão, e são produzidas pelo processo de precipitação de segunda fase. O grau de aumento de resistência não depende apenas da natureza da interação das precipitações com as discordâncias, mas também da fração do volume e do tamanho das partículas (Figura 4). Em geral, existem diversos mecanismos que podem contribuir para aumentar a resistência através da precipitação. (KELLY, 1971)

Figura 4 - Dependência do tamanho do precipitado (\bar{X}) e sua fração no endurecimento por precipitação no segundo modelo de Ashby-Orowan, comparado com experimentos para algumas adições de microligantes.



Fonte: Adaptado de Deardo (2009).

Estes mecanismos incluem o endurecimento químico pelo desenvolvimento de contornos antifásicos, quando as discordâncias atravessam uma partícula, o aumento de resistência coerente, que se relaciona à tensões de coerência desenvolvidas na matriz ao redor de um precipitado coerente e o endurecimento por dispersão devido ao acúmulo de discordâncias ao redor do precipitado na também chamado mecanismo de Orowan (KELLY, 1971).

2.5 MODELOS DOS MECANISMOS DE ENDURECIMENTO

Para avaliar a influência dos microligantes nos aços estudados, foi utilizado a equação empírica de Pickering (1978) para o cálculo do limite de escoamento em aços comerciais, onde os símbolos dos elementos de liga entre parênteses são utilizados em %p, N_f é o Nitrogênio livre e d_α é o tamanho de grão ferrítico. (Eq. 5)

$$\Delta\sigma_o = 15,4 \cdot \left[3,5 + 2,1 \cdot (Mn) + 5,4 \cdot (Si) + 23 \cdot (N_f) + 1,13 \cdot d_\alpha^{-\frac{1}{2}} \right] \quad (5)$$

Esta equação estima o limite de escoamento considerando as contribuições da resistência intrínseca do ferro, o endurecimento por solução sólida e por tamanho de grão.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

As informações sobre o procedimento experimental necessário à obtenção dos resultados provenientes da caracterização microestrutural e microdureza das amostras são descritas na sequência. Os itens abordados são especificações dos corpos de prova, planejamento experimental, e procedimentos de trabalho relativos às preparações das amostras e à realização dos testes na caracterização microestrutural e mecânica.

3.1 CORPOS DE PROVA

Os aços microligados selecionados para este estudo são comerciais, fabricados por laminação em tiras a quente, gentilmente fornecidos para esta pesquisa pelas Usinas Siderúrgicas de Minas Gerais S.A (USIMINAS). Eles se diferenciam em três composições diferentes, os quais foram submetidos a diferentes tratamentos termomecânicos. Por questões de segredo industrial não foram divulgados os parâmetros metalúrgicos aplicados durante a laminação controlada desses aços. Na Tabela 2 são apresentadas as composições químicas das tiras a quente empregadas neste trabalho.

Os aços USI-1 e USI-2 possuem a mesma composição química, mas diferem quanto ao processo metalúrgico utilizado em sua produção. O mesmo ocorre com o par de aços COS-2 e COS-3. O material USI-3 difere quanto aos demais na composição química.

Tabela 2 - Composição dos aços utilizados (%p).

Aço	C	Mn	Si	P	S	Al	Nb	Ti	V
USI-1	0,09	0,91	0,3	0,023	0,007	0,052	0,021	0,074	0,004
USI-2									
USI-3	0,09	0,66	-	0,018	0,005	0,032	0,025	-	-
COS-2	0,11	1,54	0,28	0,026	0,007	0,013	0,041	0,105	0,008
COS-3									

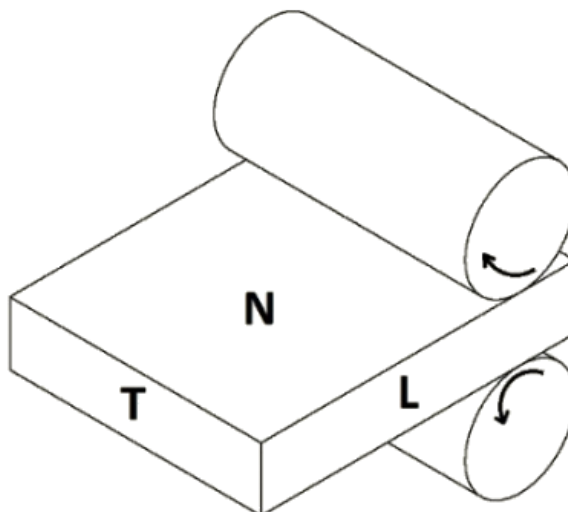
Fonte: Fornecida pela fabricante Usiminas.

Amostras dos materiais foram submetidas ao ensaio de tração para determinação do limite de escoamento como forma de controle e certificação de qualidade. Os resultados dos ensaios de tração foram divulgados juntamente com a análise química dos aços.

As amostras foram tomadas de secções das chapas laminadas, de acordo com a direção de laminação, sendo ao final três amostras de cada material analisado. As três secções

adotadas para este estudo foram: Longitudinal, Normal e Transversal (L, N e T); como ilustrado na Figura 5.

Figura 5 - Secções da chapa laminada adotadas para o estudo, sendo: L-Longitudinal, N-Normal e T-Transversal.



Fonte: do próprio autor.

3.2 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Foi definido que para a realização dos ensaios, as amostras cortadas do material de origem seriam embutidas em baquelite e preparadas por lixamento e polimento conforme procedimento convencional para que fossem utilizadas em microdurômetro e no microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Para ensaio no microdurômetro foram realizadas doze medidas de microdureza Vickers em locais aleatórios na amostra, desprezando-se os dois extremos a fim de eliminar maiores discrepâncias.

Para a análise em microscópio eletrônico de varredura, as amostras foram montadas em grupos de no máximo de três devido a limitações do tamanho do porta amostra disponível no MEV. O tipo de campo de análise a se utilizar foi definido de acordo com a visibilidade observada no momento do ensaio.

Os resultados de microdureza, tamanho de grão e circularidade de grão, que foram analisados pelo método de análise de variância – ANOVA - a fim de estimar a significância dos efeitos analisados. (ARIAS-CASTRO, 2011).

3.3 CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA

A caracterização microestrutural das amostras foi realizada recorrendo-se a um microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca Zeiss, modelo EVO LS15, instalado no Laboratório de Física da FEIS/UNESP. O equipamento utilizado é representado na Figura 6. Foi escolhido esse equipamento devido ao grande refinamento da microestrutura.

Figura 6 - Microscópio eletrônico de varredura (MEV)



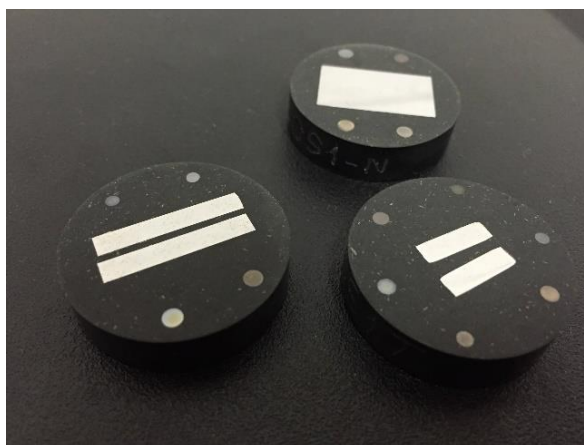
Fonte: do próprio autor.

A análise da microestrutura visou verificar o tamanho dos grãos e a sua circularidade, enquanto a microdureza teve por objetivo verificar variações de microdureza do material nas diferentes secções. Pelo fato de todas as amostras embutidas terem sido utilizadas tanto para análise da microestrutura quanto de microdureza, o procedimento de preparo e demais detalhes foram descritos apenas neste item.

Após terem sido cortadas nas secções transversal, longitudinal e normal à direcção de laminação, foi realizado o embutimento das amostras metalográficas e de microdureza foi realizado a quente com o emprego de baquelite. As amostras passaram por um processo de lixamento manual, alternando a posição de trabalho em 90° a cada troca de lixa, com a seguinte sequência de granulação: 220, 320, 400, 600 e 1000 e 1200. Para polimento das amostras foi utilizada alumina em suspensão aquosa, com tamanho médio de partículas de 1 µm. Após o polimento, as amostras sofreram um ataque químico com Nital 2%.

Realizado o ataque, as amostras foram levadas ao microscópio eletrônico de varredura para análise da microestrutura e seu registro em micrografia digital. A Figura 7 apresenta exemplos de amostras prontas para análise microestrutural. Para minimizar o abaulamento da superfície polida, foram utilizadas esferas de aço comuns em quatro pontos servindo como apoio para a operação de lixamento, também para minimizar o abaulamento.

Figura 7 - Amostras de cada uma das 3 secções ao final da preparação.



Fonte: do próprio autor.

Conforme observado na Figura 7, cada embutimento abrigou amostras de uma única secção de um material, totalizando dessa forma quinze embutimentos, sendo cada um tanto para análise microestrutural quanto microdureza. Esta escolha de amostras individuais visou otimizar a área útil de análise e garantir que resultados consistentes seriam adquiridos.

Para aquisição das imagens no MEV foi utilizada uma ampliação definida de 7000x, com contraste de elétrons retroespalhados (BSD), sendo tomadas 5 micrografias em regiões aleatórias de cada amostra.

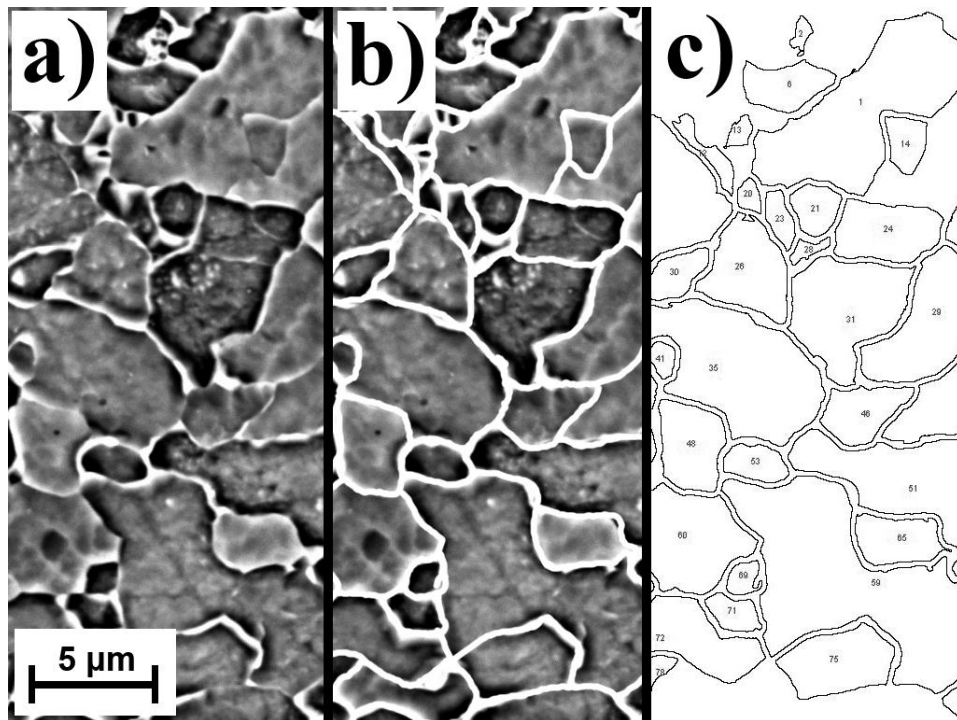
Após aquisição das micrografias, estas foram inicialmente ajustadas para corrigir o contraste e brilho, a fim de melhorar a visualização dos contornos de grão da ferrita e as colônias perlíticas, e a seguir foi realizado um retoque de contorno de grão nas imagens para

reduzir discontinuidades e melhorar a análise pelo software. Esse retoque foi realizado manualmente em todas as imagens. Essa etapa foi necessária para melhorar a medição automática que foi realizada a seguir, pois nas imagens originais haviam contornos com pouco contraste, o que dificultaria o processamento da imagem pelo software. Tanto para esse preparo quanto para a análise foi utilizado o software ImageJ (SCHINDELIN, 2015).

Para o processamento das imagens, foi configurada a escala adequada no meu *analyze/set scale*, de acordo com a própria imagem fornecida pelo MEV, e em seguida foi utilizada a função *analyze/analyze particles...* para adquirir os dados de área interna dos contornos e circularidade. A fim de minimizar e excluir das medições partículas que não caracterizam um grão, como inclusões e possíveis interferências de aquisição, foi utilizado como limitante o valor mínimo de área de $0.5 \mu\text{m}^2$ para que este fosse considerado como grão. Esse valor foi definido após alguns testes de calibração atingiram-se bons resultados a partir desse critério.

Uma vez preparada a imagem e configurado os parâmetros do software, este forneceu um mapa de regiões (grãos), bem como os dados das áreas internas e da circularidade de cada uma das regiões. Todo o processamento das imagens é ilustrado na Figura 8.

Figura 8 - Passos de preparação e análise das imagens. (a) imagem original; (b) imagem com contornos reforçados; (c) resultado de mapa de áreas no ImageJ.



Fonte: do próprio autor.

A partir dos valores das áreas dos grãos, foi calculado o diâmetro equivalente de grão para cada área utilizando a eq. (4) o qual representa o tamanho/diâmetro do círculo com área equivalente ao grão analisado.

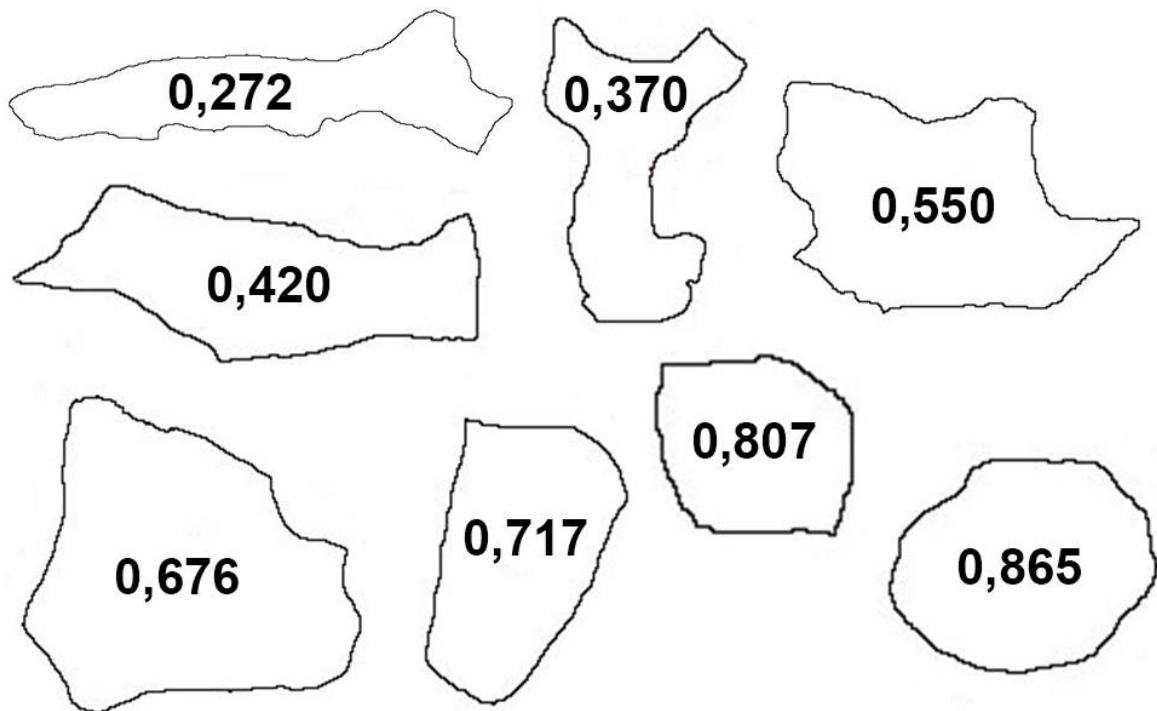
$$d = \sqrt{\frac{4 \cdot \text{Area}}{\pi}} \quad (4)$$

Para a consideração de circularidade, foi utilizado o próprio recurso do software que retorna um valor entre 0 e 1, onde 0 indica uma linha reta e 1 indica um círculo perfeito. Essa circularidade é calculada por uma relação entre perímetro e área interna, segundo a equação (5).

$$\text{Circularidade} = 4\pi \frac{\text{Area}}{\text{Perímetro}^2} \quad (5)$$

Para melhor entendimento, a Figura 9 ilustra alguns grãos encontrados no atual estudo e suas respectivas circularidades escritos internamente a eles.

Figura 9 - Exemplos de grãos ferríticos e suas respectivas circularidades.



Fonte: do próprio autor.

3.4 CARACTERIZAÇÃO MECÂNICA

Todos ensaios de microdureza foram realizados no microdurômetro da marca Shimadzu, modelo DUH-211, instalado no Laboratório de Caracterização Microestrutural do Departamento de Engenharia Mecânica da FEIS/UNESP, e está representado na Figura 10.

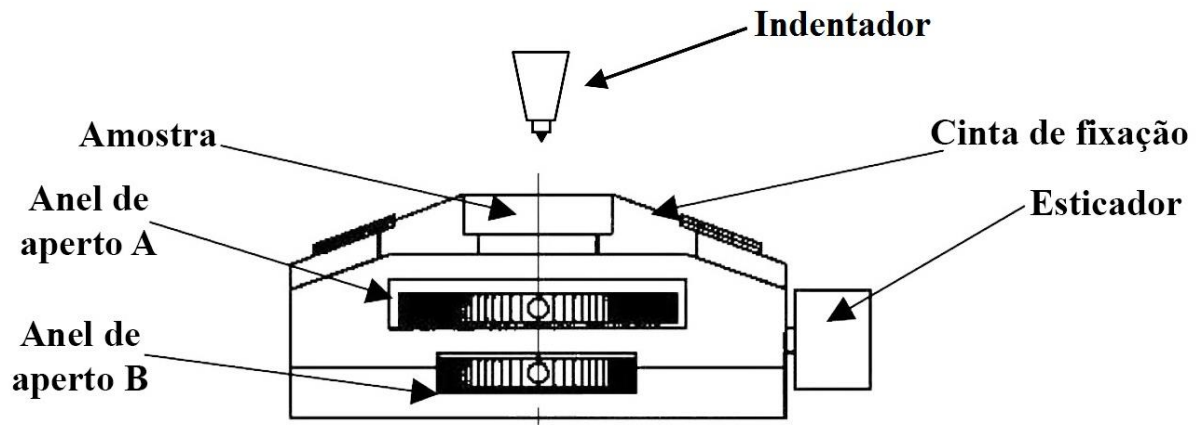
Figura 10 – Ultra microdurômetro (DUH).



Fonte: do próprio autor.

Para o ensaio de microdureza instrumentada foi necessária como etapa adicional ao preparo das amostras a retificação da face oposta à de trabalho, a fim de assegurar o paralelismo adequado para realizar as medidas de microdureza no ultra microdurômetro utilizado, sendo o paralelismo condição essencial ao uso do equipamento, pois o assentamento no porta amostra é feito pela face oposta àquela de análise (Figura 11).

Figura 11 - Ilustração do porta amostra do ultra microdurômetro.



Fonte: Adaptado do manual do DUH-211 (2008).

A microdureza das amostras foi avaliada por ensaios de microdureza instrumentada (DUH), usando o modo carga-descarga (load-unload). Os parâmetros usados foram a força máxima aplicada de 1000mN, a força mínima de 100mN, a velocidade de carregamento de 70,0670mN/s, o tempo de espera no carregamento de 5s e o tempo de espera após alívio de 1s. Para fins estatísticos foram realizadas 12 medidas, descartando-se os menores e os maiores resultados obtidos na série. Desta forma foi determinada a dureza Vickers equivalente (HV*), definida pela norma ISO 14577 a partir da geometria de um indentador Vickers ideal. Desta forma a microdureza Vickers equivalente HV* é determinada pela relação entre a força aplicada e a profundidade da penetração e não pela medida das diagonais da indentação - como é a microdureza Vickers convencional. (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION- ISO, 2002)

Para o procedimento de carga-descarga o ultra microdurômetro aumenta a força de teste até o valor pré-determinado, em seguida a força de ensaio é mantida constante por um período de tempo estabelecido, finalizando com um processo de descarga e um pequeno tempo de espera após esse alívio. O ensaio foi automatizado, sendo preciso apenas o posicionamento manual da amostra e escolha das regiões para indentação. A temperatura do ambiente de ensaio foi mantida constante com vistas a evitar efeitos de natureza térmica nas medidas de microdureza.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir são apresentados os resultados referentes às análises realizadas nas amostras dos cinco aços estudados. Todos resultados foram tratados estatisticamente utilizando a ferramenta ANOVA para avaliar os dados, considerando um nível de significância de 5%.

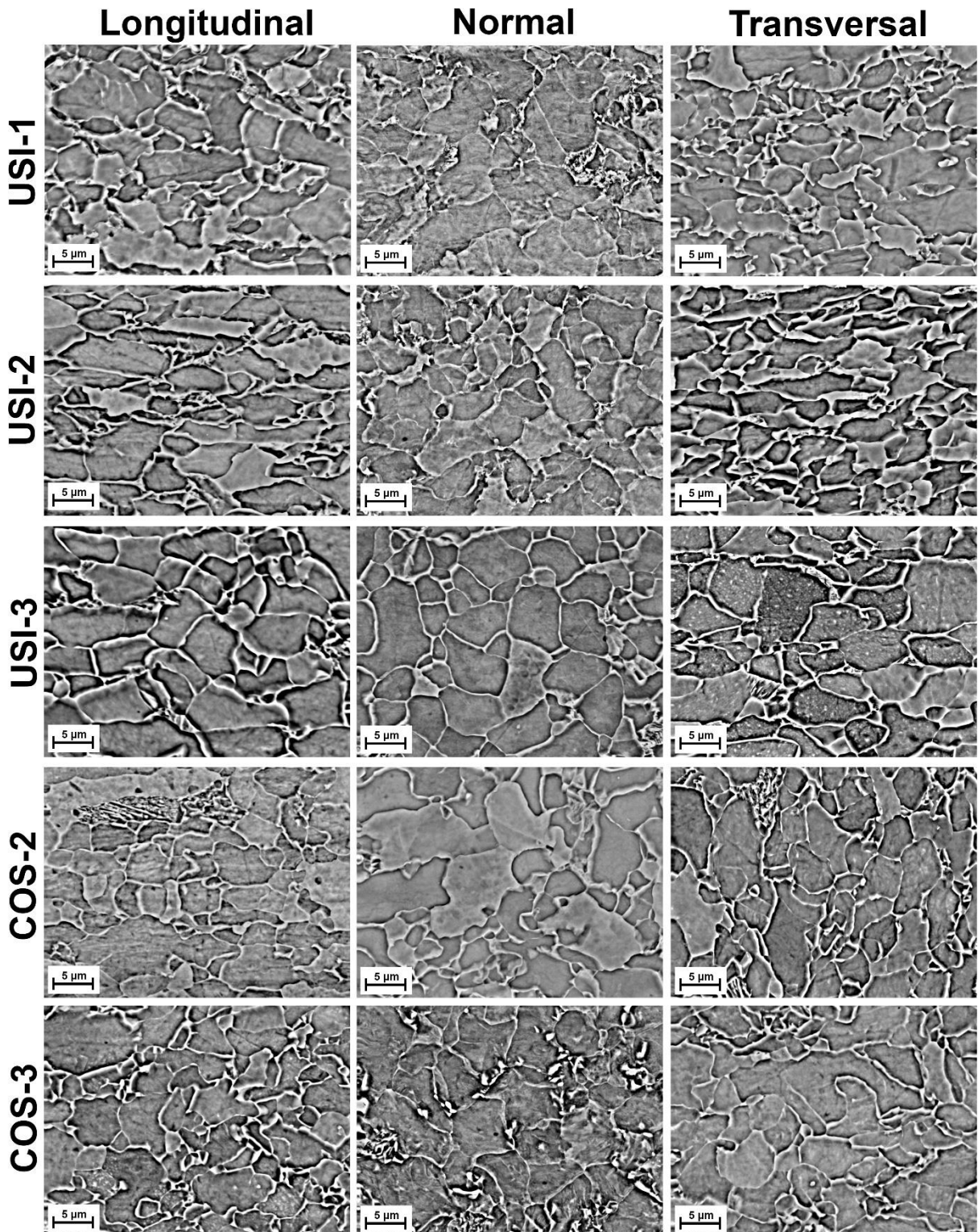
As amostras foram analisadas considerando o tamanho de grão, a circularidade, conforme mencionado no item 3.3, e a microdureza.

Os resultados são apresentados por propriedade, sendo apresentadas as análises da ANOVA por material e secção e, ao final, uma análise do todo.

4.1 TAMANHO DE GRÃO

A Figura 12 apresenta as micrografias de cada secção dos materiais, onde são observadas as microestruturas dos aços analisados. Elas estão dispostas de forma que cada material ocupa uma linha e cada secção de análise ocupa uma coluna. É possível observar que apesar de existir certa semelhança entre as secções dos diferentes materiais, não é possível estabelecer um padrão de comportamento global, estando as três secções em um mesmo material ora distintas, ora semelhantes. Nota-se isso por exemplo no material USI-2, que apresenta grãos um pouco mais alongados nas secções L e T, e menos alongados na secção N, enquanto no aço USI-3 os formatos são bastante semelhantes nas três secções.

Figura 12 - Micrografias obtidas no MEV.



Fonte: do próprio autor

Após a medição por software, obteve-se as medidas de tamanho de grão e apresentados na Tabela 3. Estão apresentados os tamanhos médios de grão de cada uma das

secções, bem como o tamanho médio de grão de cada material. É também apresentado na Tabela 3 o limite de escoamento de cada material.

Tabela 3 - Tamanhos de grão medidos e limite de escoamento.

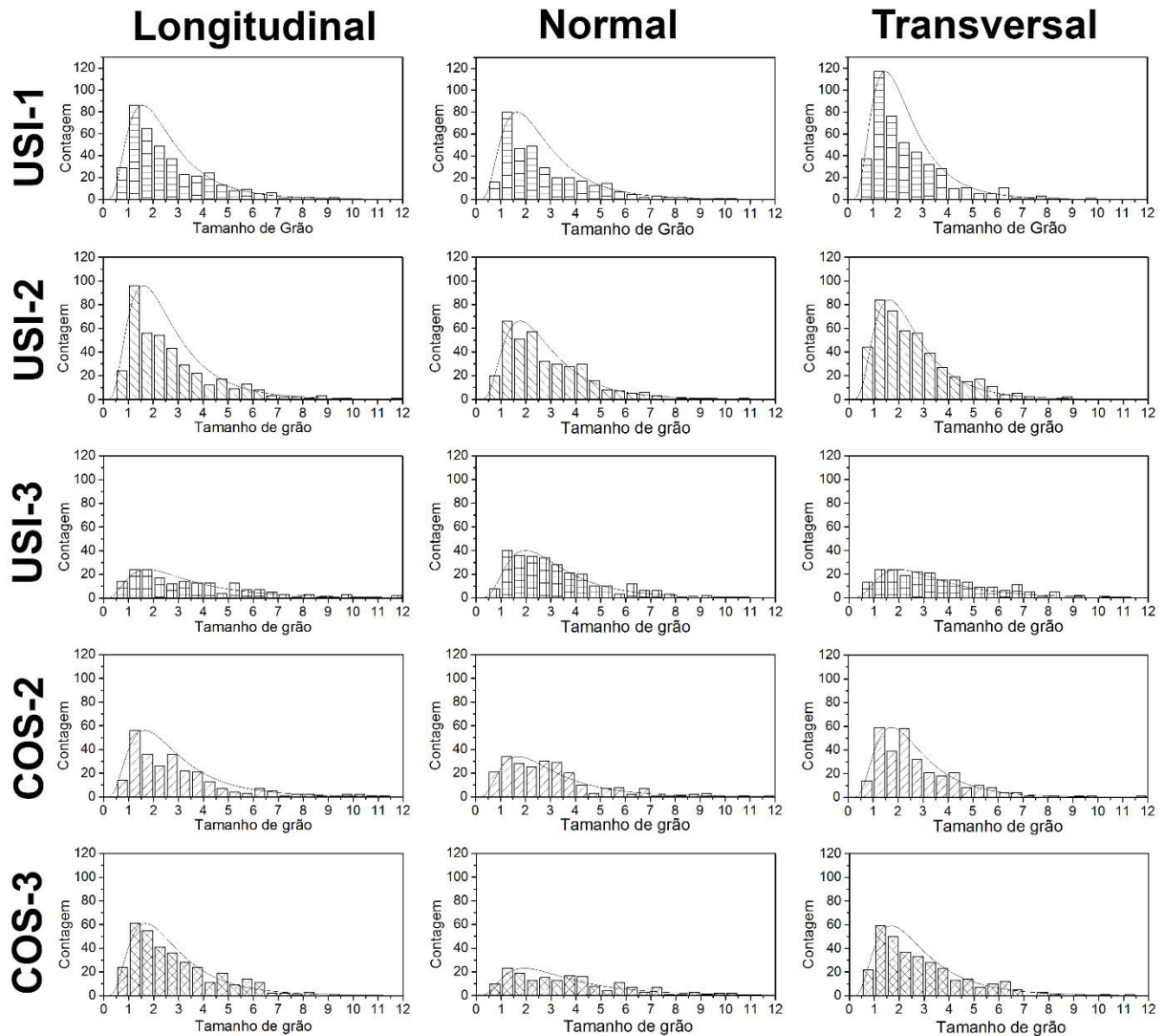
	Secção	Tamanho médio na secção (μm)	Desvio padrão	Erro padrão	Tamanho médio (μm)	Limite de escoamento (MPa)
USI-1	L	2,62	1,64	0,08	2,58	646
	N	2,75	1,73	0,10		
	T	2,37	1,47	0,07		
USI-2	L	2,69	1,72	0,09	2,69	583
	N	2,82	1,62	0,09		
	T	2,57	1,48	0,07		
USI-3	L	3,54	2,42	0,18	3,42	419
	N	3,19	1,83	0,11		
	T	3,52	2,05	0,14		
COS-2	L	2,94	2,03	0,13	2,93	638
	N	3,09	2,08	0,14		
	T	2,75	1,64	0,09		
COS-3	L	2,82	1,69	0,09	3,14	512
	N	3,70	2,33	0,17		
	T	2,90	1,86	0,10		

Fonte: do próprio autor

O desvio padrão em torno de 60% observado em relação à média é devido à heterogeneidade na população de grãos, como pode ser observado nos histogramas da figura Figura 13 que mostram que as amostras apresentam tamanhos de grãos variados em grandes quantidades. Existe uma predominância de grãos menores, entre 1 μm e 2 μm , mas a quantidade de grãos com tamanho entre 2 μm e 4 μm também é significativa. Os grãos entre 4 μm e 6 μm também se apresentam em quantidades significativas em alguns casos, embora quanto maiores os tamanhos, menores sua frequência. Essa população bastante diversificada então acarreta em um desvio padrão elevado. Embora o mais comum seja encontrar na literatura desvios na margem de 30%, não é raro para aços microligados esse desvio em torno de 60%, como é possível constatar pelo trabalho de Show (2010).

Os limites de escoamento foram adicionados à Tabela 3 para compor um conjunto de informações para comparação da relação de Hall-Petch dos aços estudados com outros aços microligados da literatura.

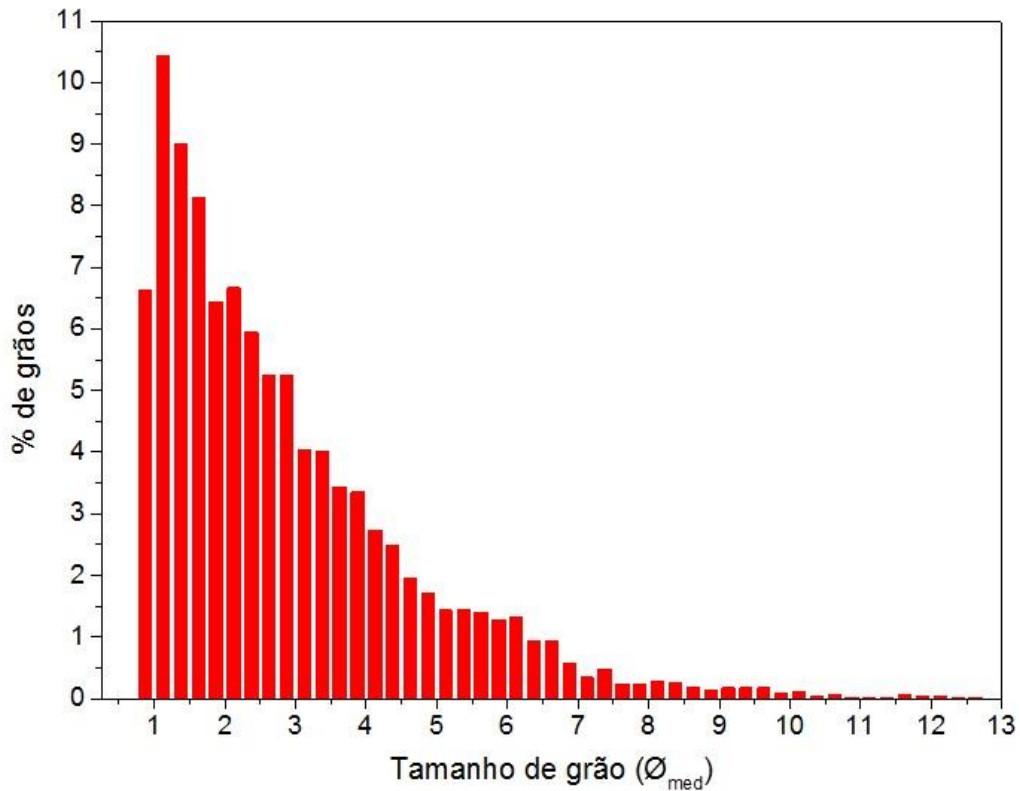
Figura 13 – Distribuição de frequência dos tamanhos de grão nos aços microligados.



Fonte: do próprio autor

No histograma da Figura 14 é mostrada a quantidade de grãos analisados de cada tamanho onde é possível notar que não se encontrou grãos com tamanho próximo a $0,5 \mu\text{m}$, sendo o menor tamanho de grão encontrado de $0,8 \mu\text{m}$. Assim, foi confirmado que o valor do critério de análise para exclusão de partículas com tamanhos inferiores à $0,5 \mu\text{m}$ foi acertada.

Pela análise destes histogramas, observa-se a homogeneidade no tamanho de grãos através da quantidade de grãos com tamanhos próximos, o que em cada secção pode se apresentar diferente, como o aço USI-3 que apresenta melhor homogeneidade em sua secção Normal, e o aço COS-3, que apresenta uma heterogeneidade nessa mesma secção.

Figura 14 - Histograma representando a porcentagem de grão em faixas de tamanho.

Fonte: do próprio autor.

Através da análise estatística ANOVA, considerando o nível de significância de 5%, foram comparadas as secções de cada material a fim de constatar se o aço apresenta as mesmas características em qualquer direção.

Na Tabela 4 são apresentados os resultados do ANOVA para cada aço. No campo semelhança, o algarismo 1 indica uma diferença significativa entre as secções para o nível de 5%, enquanto o algarismo 0 indica que não há diferença significativa.

Tabela 4 - Análise anova para os tamanhos de grão nos aços em relação à secção.

	USI-1	USI-2	USI-3	COS-2	COS-3
Probabilidade	0,003	0,09	0,12	0,12	1,6E-6
Diferença	1	0	0	0	1

Fonte: do próprio autor

Para melhorar o entendimento, é mostrado na Tabela 5 as comparações de médias para o tamanho de grão em cada secção dos aços analisados, junto ao seu valor de probabilidade para avaliação, bem como uma análise global considerando todos os aços, sendo utilizado o

algarismo 1 quando a diferença entre as secções é estatisticamente relevante a um nível de 5%, e 0 quando as secções são estatisticamente semelhantes.

Tabela 5 - Comparações de diferença estatística do tamanho de grão entre as secções estudadas em cada aço e global.

Secções	USI-1	USI-2	USI-3	COS-2	COS-3	Global						
N - L	0	0,55	0	0,56	0	0,22	0	0,69	1	5,6E-5	1	0,01
T - L	0	0,08	0	0,61	0	0,99	0	0,5	0	0,87	0	0,19
T -N	1	0,004	0	2,4	0	0,22	0	0,13	1	5,4E-5	1	1,4E-5

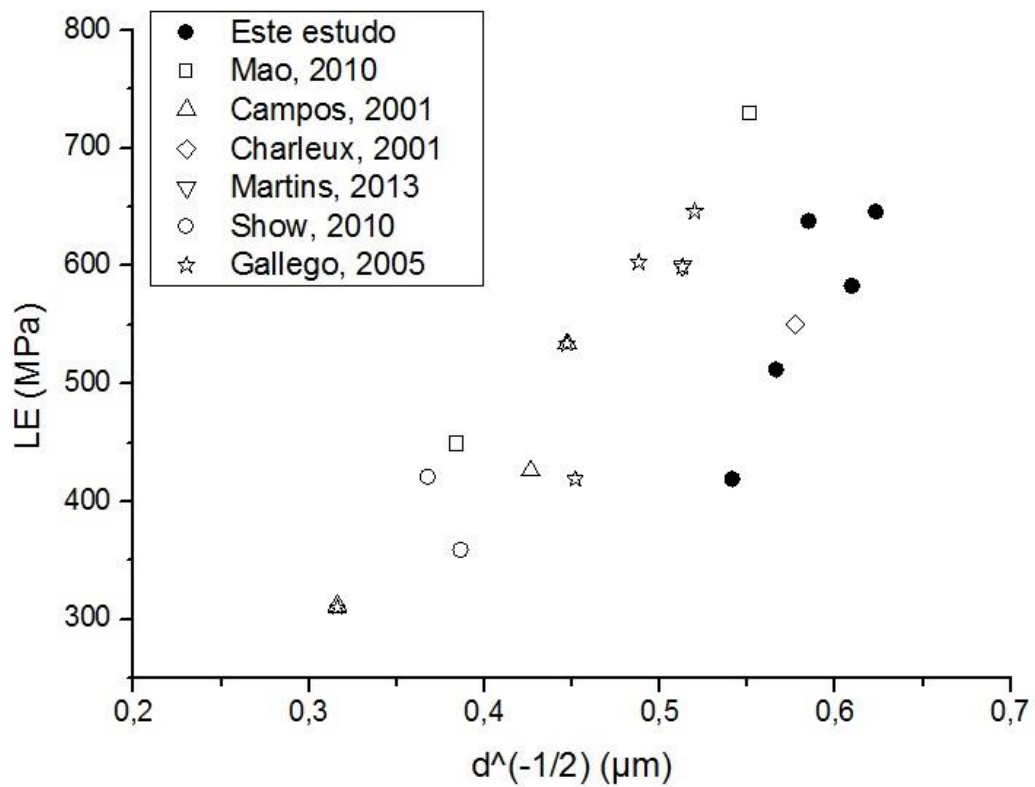
Fonte: do próprio autor.

A partir da Tabela 5 é possível observar que os materiais USI-2, USI-3 e COS-2 são homogêneos em relação ao tamanho de grão, enquanto os materiais USI-1 e COS-3 apresentam certo nível de variação no tamanho em suas secções. Nota-se que o processo de fabricação utilizado pelo fabricante influencia não só no tamanho médio de grão do material, mas também na isotropia. É possível notar isso quando comparamos os pares USI-1/USI-2 e COS-2/COS-3, que possuem a mesma composição química.

É observável que, de forma global, os aços estudados têm um comportamento típico de materiais laminados, apresentando semelhança de tamanho de grão entre as direções L e T, com a direção N diferente das demais. Esse efeito foi chamado de “grãos panqueca” por Jolley (1967), pois os grãos metálicos adquiriam o formato achatado, como de uma panqueca, antes da recristalização ocorrer. O que é característico em aços microligados é a grande ocorrência da recristalização, ocasionando grãos mais finos e mais uniformes. Esse fenômeno também foi detalhado por Song (2005).

Os resultados dos aços analisados foram comparados com dados de outras fontes, apresentados na Tabela 6. Para padronizar os dados obtidos neste trabalho, a fim de comparação, foi considerado o tamanho médio de grão a partir da média volumétrica de cada secção (L, N e T) na Tabela 3. Foi confirmada então que a relação de Hall-Petch para os materiais estudados encontra-se na abrangência normal para aços microligados, conforme demonstrado no gráfico da Figura 15.

Figura 15 - Representação da relação de Hall-Petch para diversos materiais em comparação com os estudados.



Fonte: Próprio autor com adaptação de dados de fontes da **Tabela 6**.

Tabela 6 - Dados extraídos de fontes externas para comparação.

Origem	Lim. de Esc. (MPa)	Tamanho de grão ($\text{\O}[\mu\text{m}]$)
(MAO, 2010)	450	6,8
	730	3,3
(CAMPOS, 2013)	534	5,0
	426	5,5
	310	10,0
	312	10,0
(CHARLEUX, 2001)	550	3,0
(MARTINS, 2013)	600	3,8
(SHOW, 2010)	359	6,7
	421	7,4
(GALLEGO, 2005)	310	10,0
	419	4,9
	534	5,0
	603	4,2
	646	3,7
	599	3,8

Fonte: do próprio autor

Após a análise individual de cada aço, foi considerada uma análise generalizada entre os aços estudados a fim de avaliar de forma global as semelhanças e diferenças entre as diferentes secções de laminação. A Tabela 7 apresenta, com os mesmos critérios da Tabela 5 (1 indicando diferença significativa a um nível de 5%, e 0 uma diferença não significativa), as comparações entre materiais.

Tabela 7 - Comparações de diferença estatística do tamanho de grão entre os aços estudados.

Aços	Diferença	Probabilidade
COS-2 e COS-3	0	0,74
USI-1 e COS-2	1	0,001
USI-1 e COS-3	1	7,5E-7
USI-2 e COS-2	0	0,09
USI-2 e COS-3	1	6,5E-4
USI-2 e USI-1	0	0,61
USI-3 e COS-2	1	3,4E-5
USI-3 e COS-3	1	0,006
USI-1 e USI-3	1	1,7E-18
USI-2 e USI-3	1	1,04E-13

Fonte: do próprio autor

Observa-se que os pares de materiais USI-1/USI-2 e COS-2/COS-3, que possuem mesma composição, apresentam, de forma global, tamanho de grão estatisticamente semelhante, mesmo com processos de fabricação diferentes.

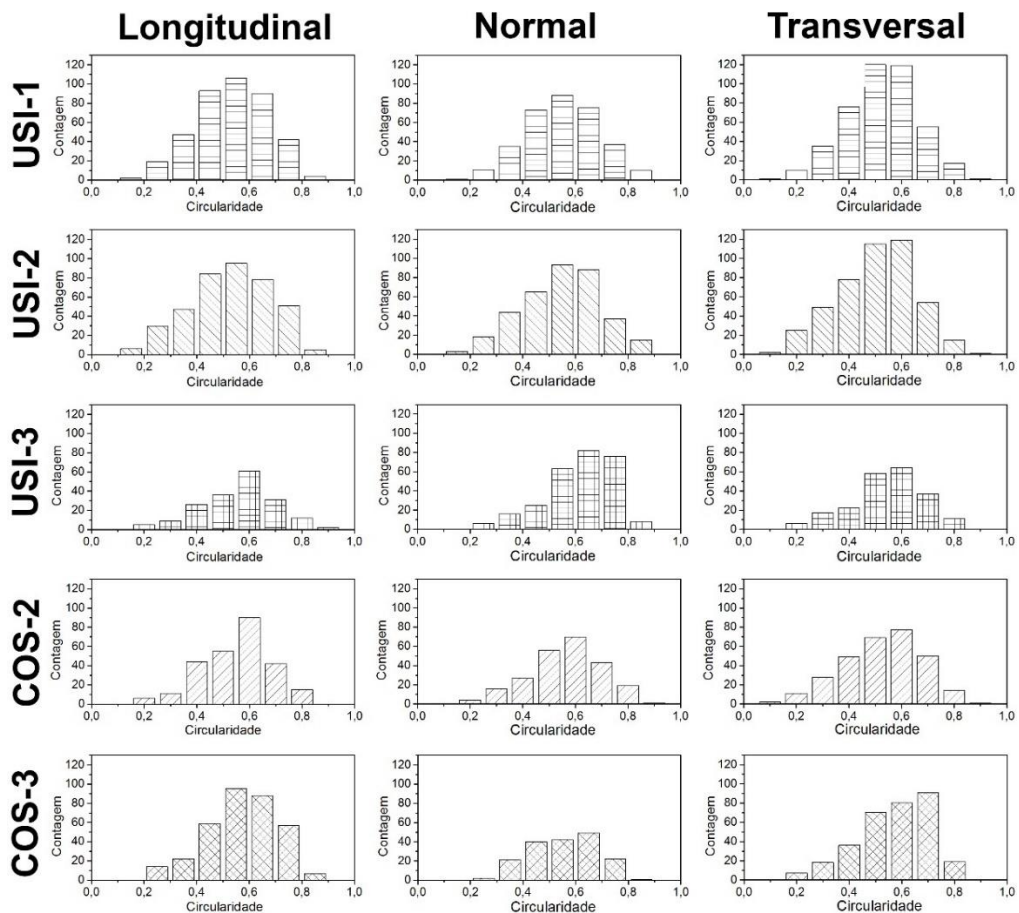
4.2 CIRCULARIDADE

Através da análise pelo software ImageJ, foram obtidas as circularidades como critério para avaliar o formato dos grãos da microestrutura, possibilitando uma análise mais qualitativa da microestrutura. Esses resultados são apresentados a seguir na Tabela 8.

Tabela 8 - Circularidade dos grãos nos aços avaliados.

	Secção	Circularidade	Desvio padrão	Erro padrão	Circularidade média
USI-1	L	0,53	0,14	0,007	0,54
	N	0,55	0,14	0,008	
	T	0,53	0,13	0,006	
USI-2	L	0,53	0,15	0,008	0,52
	N	0,54	0,15	0,008	
	T	0,50	0,15	0,007	
USI-3	L	0,56	0,14	0,010	0,57
	N	0,61	0,13	0,008	
	T	0,54	0,13	0,009	
COS-2	L	0,56	0,13	0,008	0,55
	N	0,56	0,14	0,009	
	T	0,53	0,15	0,009	
COS-3	L	0,57	0,13	0,007	0,57
	N	0,55	0,13	0,009	
	T	0,57	0,14	0,008	

Fonte: do próprio autor.

Figura 16 - Distribuição de frequência das circularidades nos aços microligados.

Fonte: do próprio autor.

Analogamente ao realizado com os tamanhos de grão, a Figura 16 permite avaliar a homogeneidade do aço em relação, agora, ao formato de seus grãos. Mais uma vez é visível uma heterogeneidade na secção Normal do aço COS-3, como ocorreu para o tamanho de grão, mas no aço USI-3 o fenômeno não se apresenta da mesma forma que anteriormente.

Da mesma forma como feito para o tamanho de grão, a circularidade foi avaliada por ANOVA, com nível de significância de 5%, tendo os resultados de diferença e probabilidade apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 - Análise anova para a circularidade nos aços em relação à secção.

	USI-1	USI-2	USI-3	COS-2	COS-3
Probabilidade	0,11	4,7E-4	5,3E-9	0,008	0,31
Diferença	0	1	1	1	0

Fonte: do próprio autor

Novamente, para melhorar o entendimento e interpretação desses resultados, foi utilizado o recurso de comparação de médias para avaliar a diferença entre as secções analisadas, o que é apresentado na Tabela 10.

Tabela 10 - Comparações de diferença estatística da circularidade de grão entre as secções estudadas em cada aço e global.

Secções	USI-1		USI-2		USI-3		COS-2		COS-3		Global	
N - L	0	0,38	0	0,24	1	1,04E-4	0	0,99	0	0,44	1	0,007
T - L	0	0,78	0	0,09	0	0,45	1	0,033	0	0,97	1	0,006
T -N	0	0,12	1	5,3E-4	1	3,7E-8	1	0,03	0	0,34	1	2,9E-9

Fonte: do próprio autor

É possível constatar que de fato as três secções têm aspecto globalmente diferentes. Esse fenômeno fica de acordo com o esperado para materiais laminados, que caracteristicamente apresentam grãos mais alongados nas secções longitudinais e um pouco menos alongados nas transversais, enquanto apresentam grãos mais achatados nas secções normais. (SONG, 2005)

Apesar disso, quando avaliadas individualmente, nota-se que os materiais apresentam diferentes configurações de anisotropia entre suas secções, mesmo entre os aços de mesma composição, apresentando inclusive uma grande semelhança entre suas secções nos casos dos aços USI-1 e COS-3, onde aparentemente a circularidade das três secções é bastante próxima, possivelmente pelo processo de recristalização e refino de grão mencionado anteriormente.

Nota-se ainda que a circularidade não se relaciona diretamente com o tamanho de grão, possuindo configurações diferentes nas secções em relação aos dados apresentados anteriormente, tanto nos casos da análise aço a aço quanto na análise global. Isso ocorre pois grãos alongados podem se apresentar em diversos tamanhos, bem como grãos mais esféricos, dependendo da recristalização do material. Assim, o tamanho médio de grão não se relaciona diretamente com a circularidade deste.

Também foi realizada a comparação global da circularidade entre os materiais, resultando na Tabela 11 apresentada a seguir.

Tabela 11 - Comparações de diferença estatística da circularidade de grão entre os aços estudados.

Aços	Diferença	Probabilidade
COS-2 e COS-3	1	0,02
USI-1 e COS-2	0	0,59
USI-1 e COS-3	1	9,2E-6
USI-2 e COS-2	1	0,01
USI-2 e COS-3	1	5,9E-11
USI-2 e USI-1	0	0,34
USI-3 e COS-2	1	7,7E-4
USI-3 e COS-3	0	0,83
USI-1 e USI-3	1	5,3E-8
USI-2 e USI-3	1	1,4E-13

Fonte: do próprio autor

Enquanto os materiais USI-1 e USI-2 apresentam circularidades semelhantes, o par de materiais COS-2 e COS-3 não apresentam o mesmo comportamento, sendo então desassociada a composição da relação de circularidade. Mais uma vez é notável que a circularidade não depende do critério de tamanho de grão, pois o formato final pode ocasionar grãos pequenos ou grandes, independente da elongação do mesmo, dependendo da área interna dele.

4.3 MICRODUREZA

Na Tabela 12 a seguir, estão apresentadas as medidas de microdureza obtidas a partir dos ensaios mecânicos neste estudo, a fim de obter uma propriedade mecânica para correlação com as características estruturais obtidas nas micrografias.

Tabela 12 - Microdureza nos aços avaliados.

	Secção	Microdureza na secção (HV* [kgf/mm ²])	Desvio padrão	Erro padrão	Microdureza média (HV* [kgf/mm ²])
USI-1	L	416,98	11,64	3,68	449,15
	N	502,10	41,17	13,02	
	T	428,38	18,88	5,97	
USI-2	L	378,57	10,15	3,21	381,75
	N	371,38	11,19	3,54	
	T	395,31	14,70	4,65	
USI-3	L	264,70	19,68	6,22	296,48
	N	341,30	12,66	4,00	
	T	283,45	14,40	4,55	
COS-2	L	419,34	10,89	3,44	416,84
	N	423,29	18,54	5,86	
	T	407,89	15,22	4,81	
COS-3	L	393,11	14,04	4,44	368,59
	N	338,04	6,39	2,02	
	T	374,62	14,81	4,68	

Fonte: do próprio autor

A partir dos dados de microdureza obtidos, foi realizada a análise por ANOVA comparando as secções para cada aço, e o resultado dessa análise está apresentado nos mesmos critérios anteriores, na Tabela 13.

Tabela 13 - Análise anova para a microdureza nos aços em relação à secção.

	USI-1	USI-2	USI-3	COS-2	COS-3
Probabilidade	1,7E-7	5,1E-4	6,3E-11	0,08	6,07E-10
Diferença	1	1	1	0	1

Fonte: do próprio autor

Para melhor interpretação desses resultados, também foi realizada aqui a comparação de médias entre as secções, obtendo os resultados apresentados na Tabela 14.

Tabela 14 - Comparações de diferença estatística da microdureza entre as secções estudadas em cada aço e global.

Secções	USI-1	USI-2	USI-3	COS-2	COS-3	Global
N - L	1 7,6E-7	0 0,43	1 1,6E-10	0 0,85	1 8,8E-10	1 0,002
T - L	0 0,65	1 0,17	1 0,04	0 0,26	1 0,009	0 0,85
T -N	1 8,2E-6	1 6,8E-4	1 5,2E-8	0 0,09	1 2,2E-6	1 0,015

Fonte: do próprio autor

A Tabela 14 demonstra que a anisotropia para a microdureza se apresenta de formas diferentes em cada material, não apresentando semelhança com as configurações de tamanho de grão ou circularidade. Porém, ao avaliar globalmente a microdureza, percebe-se que existe semelhança entre as secções T e L, que diferem da direção N. O mesmo comportamento global se apresenta para o tamanho de grão. Isso indica correlação entre o tamanho de grão e a dureza em cada secção dos materiais, pois ambas mostram a mesma configuração de anisotropia global. O tamanho de grão influencia diretamente no limite de escoamento, como já explicado no ítem 2.4, então consequentemente ele tem uma relação também com a dureza do material, como mostra os estudos de Busty (2005), Pavlina (2008) e Zhang (2011).

A microdureza comparada entre os materiais é apresentada na Tabela 15.

Tabela 15 - Comparações de diferença estatística da microdureza entre os aços estudados.

Aços	Diferença	Significância
COS-2 e COS-3	1	2,9E-7
USI-1 e COS-2	1	0,002
USI-1 e COS-3	1	2,6E-17
USI-2 e COS-2	1	4,7E-4
USI-2 e COS-3	0	0,56
USI-2 e USI-1	1	5,6E-13
USI-3 e COS-2	1	1,2E-30
USI-3 e COS-3	1	1,7E-14
USI-1 e USI-3	1	9,01E-41
USI-2 e USI-3	1	6,9E-19

Fonte: do próprio autor

Com exceção da comparação entre os aços USI-2 e COS-3, não existe semelhança estatisticamente significativa entre os aços estudados, o que indica que mesmo aços de mesma composição podem ter sua dureza influenciada pelos processos de fabricação aos quais é submetido.

4.4 INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS E MICROESTRUTURAS

Através da análise estatística, é também possível avaliar se o tipo de aço, o tipo de secção ou a interação entre essas duas opções tem interferência nas propriedades analisadas.

A Tabela 16 apresenta a probabilidade e a ponderação sobre a influência ser significativa (algarismo 1) ou não (algarismo 0).

Tabela 16 - Influência do tipo de aço e secção nas propriedades analisadas.

	Ø grão (μm)		Circularidade		Dureza (HV*)	
Aço	1	0	1	1,1E-15	1	0,000
Secção	1	8E-5	1	1,2E-7	1	1,9E-8
Aço*Secção	1	1,5E-5	1	8,7E-5	1	0,000

Fonte: do próprio autor

A partir dessa análise, foi constatado que todas variáveis analisadas têm influência nas propriedades estudadas. O aço engloba tanto a composição quanto o processamento e influencia as três propriedades. A secção demonstrou também influenciar as propriedades mecânicas e de microestrutura, bem como sua interação com o aço.

A influência do tipo de aço nas propriedades já era esperado, o destaque é que a partir dessa análise, é possível afirmar que a escolha da secção do aço pode influenciar nos resultados obtidos, fazendo com que esse aspecto se torne um ponto importante na escolha dos parâmetros para futuros estudos.

4.5 MECANISMOS DE ENDURECIMENTO

Como a variável Aço analisada engloba tanto o processamento quanto a composição, uma análise adicional foi realizada para melhor entender os mecanismos que atuam em suas propriedades.

Com os dados obtidos foi então possível estimar a influência do processamento dos aços em suas resistências finais, utilizando o equacionamento de Pickering explicado no item 2.5. Foram obtidos os valores calculados do limite de escoamento, que apresentaram diferença entre a resistência calculada e a resistência medida, tornando assim possível estimar a resistência associada aos fenômenos de precipitação e discordâncias, registrados na Tabela 17.

A apresentação gráfica desses resultados é apresentada na

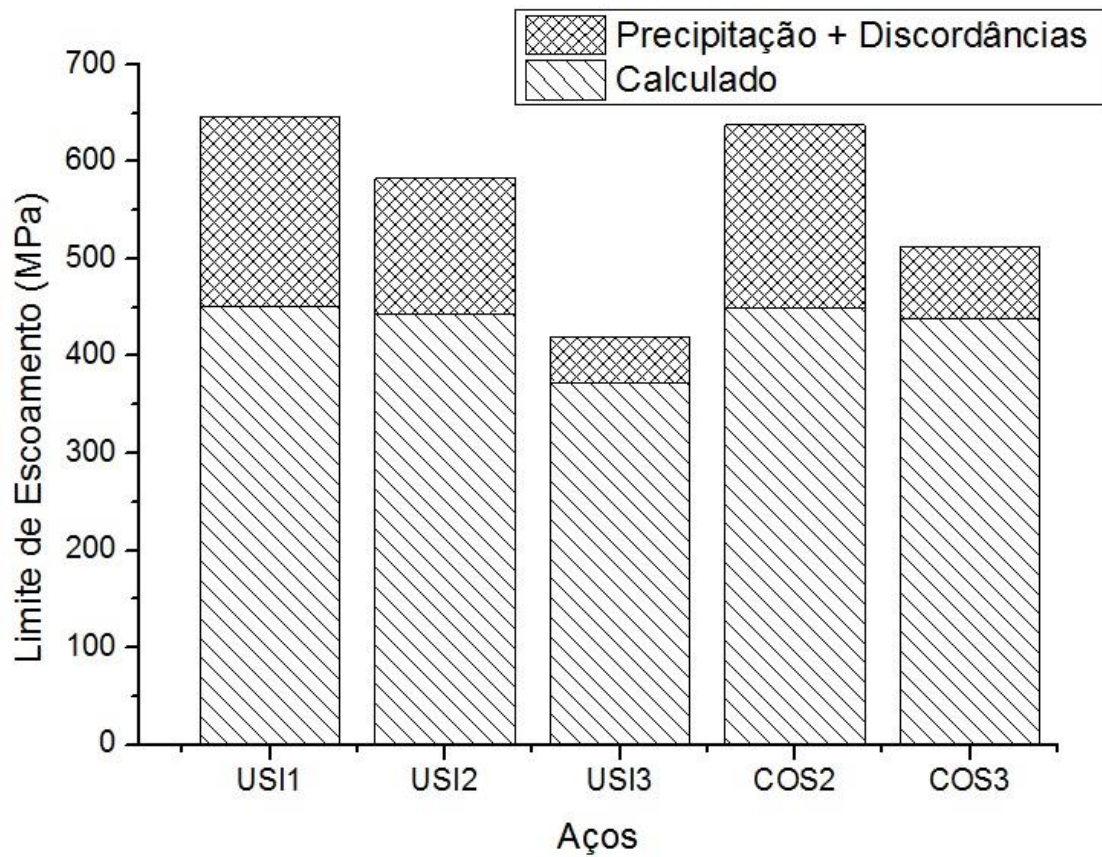
Figura 17, tornando mais visível a variação do efeito de precipitação e discordâncias, sabendo que o endurecimento por precipitação é influenciado principalmente pela composição, como descrito na introdução teórico, enquanto o endurecimento por discordâncias se dá principalmente por conta do processo de fabricação.

Tabela 17 - Limites de escoamento calculado por Pickering, total do fabricante, e estimado por precipitação e discordâncias.

	$\Delta\sigma_o$ Calculado	$\sigma_{ppt} + \sigma_{dis}$	σ_o total
USI1	451	195	646
USI2	444	139	583
USI3	373	46	419
COS2	449	189	638
COS3	439	73	512

Fonte: do próprio autor

Figura 17 - Gráfico das parcelas de limite de escoamento calculado e estimado por precipitação.



Fonte: do próprio autor

5 CONCLUSÕES

O trabalho investigou as propriedades mecânicas e microestruturais de aços microligados comerciais, correlacionando-as de acordo com diferentes secções de análise, chega-se à conclusão que os aços estudados apresentam uma boa correlação com o princípio estabelecido por Hall-Petch, relacionando seu refino de grão com o aumento de resistência. Foi observado ainda que aços com mesma composição química podem apresentar, além de propriedades mecânicas diferentes, configurações distintas em sua microestrutura ao variar seu método de fabricação.

Constatou-se que a escolha da secção em relação à direção de laminação é importante para a obtenção dos resultados para estudo, uma vez que esta influencia diretamente os resultados; e que a resistência dos aços é influenciada em parte por sua composição, mas a parcela que cabe ao endurecimento por discordâncias tem relação com o processo de fabricação utilizado.

Para aprofundamento neste assunto, novas análises, como a investigação de cada mecanismo de endurecimento e a utilização de mais aços, se fazem necessárias e podem ser desenvolvidas em futuros trabalhos a fim de explorar a fundo o comportamento das diferentes secções de análise e a influência que têm nos resultados.

REFERÊNCIAS

- ARIAS-CASTRO, E. ; CANDÈS, E. J.; PLAN, Y. Global testing under sparse alternatives: ANOVA, multiple comparisons and the higher criticism. **The Annals of Statistics**, Shaker Heights, v. 39., n. 5, p. 2533-2556, 2011.
- DAVIS, J. R. (Ed.). **Alloying: understanding the basics**. Kinsman Road: ASM International, 2001. p. 647.
- BAKER, T. N. Microalloyed steels. In: CHARLES, J. A. et al. **Future developments of metals and ceramics**. London: Institute of Materials, 1992. p. 75-119.
- BAKER, T. N. Microalloyed steels. **Ironmaking & Steelmaking**, Oxfordshire, v. 43, n. 4, p. 264-307, 2016.
- BECKET, F. M. Some effects of zirconium in steel. **Transactions of the American Electrochemical Society**, Pennington, v. 43, p. 261-269, 1923.
- BEISER, C. A. The effect of small columbium additions to semi killed, medium carbon steels. **ASM**, Eschwege, n. 138, 1959. Preprint.
- BHADESHIA, H. K. D. H. **Bainite in steels**. London: The Institute of Materials, 1992. p. 454.
- BHATTACHARYA, D. Microalloyed steels for the automotive industry. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, São Paulo, v. 11, n. 4, p. 371, 2014.
- BREEN, A. J. et al. Resolving the morphology of niobium carbonitride nano-precipitates in steel using atom probe tomography. **Microscopy and Microanalysis**, Cambridge, v. 20, n. 4, p. 1100-1110, 2014.
- BUSBY, J. T.; HASH, M. C.; WAS, G. S. The relationship between hardness and yield stress in irradiated austenitic and ferritic steels. **Journal of Nuclear Materials**, Amsterdam, v. 336, n. 2, p. 267-278, 2005.
- CAMPOS, S. S.; KESTENBACH, H. J.; MORALES, E. V. On strengthening mechanisms in commercial Nb-Ti hot strip steels. **Metallurgical and Materials Transactions A**, New York, v. 32, n. 5, p. 1245-1248, 2001.
- CHARLEUX, M. et al. Precipitation behavior and its effect on strengthening of an HSLA-Nb/Ti steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, New York, v. 32, n. 7, p. 1635-1647, 2001.
- COTTRELL, Alan Howard; DEXTER, D. L. Dislocations and plastic flow in crystals. **American Journal of Physics**, Melville, v. 22, n. 4, p. 242-243, 1954.

DEARDO, A. J. Metallurgical basis for thermomechanical processing of microalloyed steels. **Ironmaking & Steelmaking**, Oxfordshire, v. 28, n. 2, p. 138-144, 2001.

DEARDO, A. J. et al. On strength of microalloyed steels: an interpretive review. **Materials Science and Technology**, Oxfordshire, v. 25, n. 9, p. 1074-1082, 2009.

DEGARMO, E. P. et al. **Materials and process in manufacturing**. New Jersey: Prentice Hall, 1997. p. 1259.

DUNNE, D. P. Interaction of precipitation with recrystallisation and phase transformation in low alloy steels. **Materials Science and Technology**, Oxfordshire, v. 26, n. 4, p. 410-420, 2010.

EBRAHIMI, A. R.; ABYAZI, A.; ABBASI, S. M. Anisotropy in microalloyed S355N steel. **International Journal of Iron & Steel Society**, Amsterdam, v. 5, n. 2, p. 14-20, 2008.

EDMONDS, D. V.; HONEYCOMBE, R. W. Precipitation in iron-based alloys. In: RUSSELL, K. C.; AARONSON, H. I. **Precipitation processes in solids**. Warrendale: Metallurgical Society-AIME, 1978. p. 121-160.

FEILD, A. L. Some effects of zirconium in steel. **Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers**, Richardson, v. 69, p. 848-894, 1923.

FEILD, A. L. Effect of zirconium on hot-rolling properties of high-sulfur steels and the occurrence of zirconium sulfide. **Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers**, Richardson, v. 70, p. 201-223, 1924.

GALLEGO, J. et al. Efeitos da composição química e da temperatura de transformação sobre o endurecimento por precipitação interfásica em aços microligados. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, São Paulo, v. 2, n. 1, p. 50, 2005.

GLADMAN, T. The physical metallurgy of microalloyed steels. **Materials Science and Technology**, Oxfordshire, v. 15, n. 1, p. 30-36, 1999.

GORNI, A. A. ; DA SILVA, M. R. S. Evolução do tamanho de grão austenítico durante a laminação de tiras a quente de aços microligados ao nióbio. **Tecnologia em Metalurgia, Materiais e Mineração**, São Paulo, v. 12, n. 2, p. 109-114, 2015.

HALFA, H. Recent trends in producing ultrafine grained steels. **Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering**, Irvine, v. 2, n. 5, p. 428, 2014.

HALL, E. O. The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results. **Proceedings of the Physical Society. Section B**, Bristol, v. 64, n. 9, p. 747, 1951.

HIRSCH, P. B. Direct observations of moving dislocations: reflections on the thirtieth anniversary of the first recorded observations of moving dislocations by transmission electron microscopy. **Materials Science and Engineering**, Amsterdam, v. 84, p. 1-10, 1986.

HIRSCH, P. B. et al. **Electron microscopy of thin crystals**. Londres: Butterworth, 1966. p. 549.

HOUGHTON, D. C.; WEATHERLY, G. C.; EMBURY, J. D. Characterization of carbonitrides in Ti bearing HSLA steels. In: DEARDO, A. J. et al. **Thermomechanical processing of microalloyed austenite**. Warrendale: Metallurgical Society of AIME, 1982. p. 267-292.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO. **ISO 14577-1**. metallic materials: instrumented indentation test for hardness and materials parameters — part 1: test method. Switzerland, 2002.

JOLLEY, W. A note on precipitate formation in quench-aged α -iron. **Philosophical Magazine**, Oxfordshire, v. 16, n. 141, p. 637-642, 1967.

KELLY, A. **Strengthening methods in crystals**. Michigan University: Halstead Press Division, Wiley, 1971. p.672.

LAGNEBORG, Rune et al. The role of vanadium in microalloyed steels. **Scandinavian Journal of Metallurgy**, Weinheim, v. 28, n. 5, p. 186-241, 1999.

MAO, Xet al. Strengthening mechanisms of a new 700MPa hot rolled ti-microalloyed steel produced by compact strip production. **Journal of Materials Processing Technology**, Amsterdam, v. 210, n. 12, p. 1660-1666, 2010.

MARTINS, V. L. V.; VASCONCELOS, F. P.; GALLEGOS, J. Correlação limite de escoamento: microestrutura em aço microligado nb-ti-v. In: CONGRESSO INTERNACIONAL DA ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE METALURGIA MATERIAIS E MINERAÇÃO- ABM, 68., 2013, Belo Horizonte. **Anais...** Belo Horizonte: [s.n.], 2013. p. 3496 – 3506.

MISRA, R. D. K. et al. Microstructural evolution in a new 770MPa hot rolled Nb–Ti microalloyed steel. **Materials Science and Engineering: A**, Bethesda, v. 394, n. 1, p. 339-352, 2005.

MORALES, E. V. et al. Strengthening mechanisms in a pipeline microalloyed steel with a complex microstructure. **Materials Science and Engineering: A**, Bethesda, v. 585, p. 253-260, 2013.

MORRISON, W. B. Microalloy steels—the beginning. **Materials Science and Technology**, Oxfordshire, v. 25, n. 9, p. 1066-1073, 2009.

MORRISON, W. B.; WOODHEAD, J. H. Influence of small niobium additions on mechanical properties of commercial mild steels. **Journal of the Iron and Steel Institute**, Chuo-ku, v. 201, n. 1, p. 43-46, 1963.

PAVLINA, E. J.; VAN TYNE, C. J. Correlation of yield strength and tensile strength with hardness for steels. **Journal of Materials Engineering and Performance**, New York, v. 17, n. 6, p. 888-893, 2008.

PETCH, N. J. The cleavage strength of polycrystals. **Journal of the Iron and Steel Institute**, Chuo-ku, v. 174, p. 25-28, 1953.

PICKERING, F. B. **Physical metallurgy and the design of steels**. London: Applied Science Publishers, 1978. p. 275.

RANDLE, V. **Microtexture determination and its applications**. 2nd ed. London: The Institute of Materials, 2008. p. 174.

SCHINDELIN, J.; RUEDEN, C. T.; HINER, M. C.; & ELICEIRI, K. W. The imagej ecosystem: an open platform for biomedical image analysis. **Molecular Reproduction and Development**, Hoboken, v. 82, n. 7-8, p. 518-29, 2015.

SELLARS, C. M. The physical metallurgy of hot rolling. In: SELLARS, C. M.; DAVIES, G. J. **Hot working and forming processes**. London: Institute of Materials, 1990. p. 3-15.

SHIM, Chang-Su et al. Design of double composite bridges using high strength steel. **Procedia Engineering**, Amsterdam, v. 14, p. 1825-1829, 2011.

SHOW, B. K. et al. Effect of vanadium and titanium modification on the microstructure and mechanical properties of a microalloyed HSLA steel. **Materials Science and Engineering: A**, Bethesda, v. 527, n. 6, p. 1595-1604, 2010.

SONG, R. et al. Microstructure and crystallographic texture of an ultrafine grained C–Mn steel and their evolution during warm deformation and annealing. **Acta Materialia**, Kidlington, v. 53, n. 3, p. 845-858, 2005.

TAKAHASHI, M.; BHADESHIA, H. K. D. H. Model for transition from upper to lower bainite. **Materials Science and Technology**, Oxfordshire, v. 6, n. 7, p. 592-603, 1990.

TAMURA, I. ; SEKINE, H. ; TANAKA, T. **Thermomechanical processing of high-strength low-alloy steels**. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2013. p. 256.

VERVYNCKT, S. et al. Modern HSLA steels and role of non-recrystallisation temperature. **International Materials Reviews**, Oxfordshire, v. 57, n. 4, p. 187-207, 2012.

WANG, J.; VAN DER ZWAAG, S. Stabilization mechanisms of retained austenite in transformation-induced plasticity steel. **Metallurgical and Materials Transactions A**, Warrendale, v. 32, n. 6, p. 1527-1539, 2001.

WEBSTER, D. **Effect of precipitates in grain refining microalloyed steels**. Sheffield: BISRA, 1962. (BISRA Report, MGC/18/62).

ZAJAC, S. et al. **Quantitative structure-property relationships for complex bainitic microstructure**. Luxembourg: Research Fund for Coal and Steel Final Report, European Commission, p. 1-157, 2003.

ZHANG, P.; LI, S. X.; ZHANG, Z. F. General relationship between strength and hardness. **Materials Science and Engineering: A**, Bethesda, v. 529, n. 1, p. 62-73, 2011.