



Universidade Federal
do Rio de Janeiro

Escola Politécnica

EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA E DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE AÇOS IF TRATADOS TERMOMECHANICAMENTE

Bárbara Matos Fieto

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia de Materiais da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Engenheiro de Materiais.

Orientadores: Luiz Henrique de Almeida

Leonardo Sales Araujo

Rio de Janeiro

Julho/2013

EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA E DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE AÇOS IF TRATADOS TERMOMECHANICAMENTE

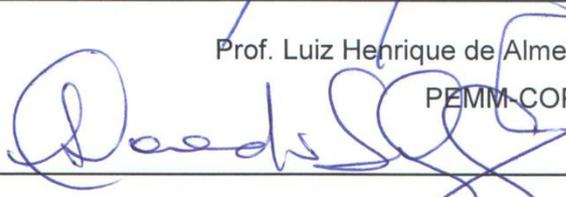
Bárbara Matos Fieto

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO DE MATERIAIS.

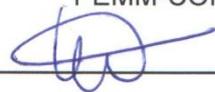
Examinado por:



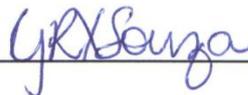
Prof. Luiz Henrique de Almeida, D. Sc.
PEMM-COPPE/UFRJ



Prof. Leonardo Sales Araujo, D. Sc.
PEMM-COPPE/UFRJ



Engº Heber Vieira Gomes Segundo
CSA - ThyssenKrupp



Engª Gabriela Regina Xavier de Souza, M. Sc.
PEMM-COPPE/UFRJ

Rio de Janeiro, RJ - Brasil

Julho de 2013

Matos Fieto, Bárbara

Evolução da microestrutura e das propriedades mecânicas de aços IF tratados termomecanicamente/
Bárbara Matos Fieto. – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2013.

XI, 74 p.: il; 29,7cm.

Orientadores: Luiz Henrique de Almeida

Leonardo Sales Araujo

Projeto de graduação – UFRJ/ Escola Politécnica/
Curso de Engenharia de Materiais, 2013.

Referências Bibliográficas: p. nº 68-75.

1.Microestrutura 2.Propriedades mecânicas 3.Aços IF
5. Laminação

I. De Almeida, Luiz Henrique; Araujo, Leonardo Sales
II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, UFRJ,
Engenharia de Materiais III. Evolução da microestrutura e
das propriedades mecânicas de aços IF tratados
termomecanicamente.

“La patience est amère, mais son fruit est doux.”

Jean-Jacques Rousseau

Resumo do Projeto de Graduação apresentado ao DEMM/EP/UFRJ como parte integrante dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenheiro de Materiais.

EVOLUÇÃO DA MICROESTRUTURA E DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE AÇOS IF TRATADOS TERMOMECHANICAMENTE

Bárbara Matos Fieto

Julho/2013

Orientadores: Luiz Henrique de Almeida

Leonardo Sales Araujo

Curso: Engenharia de Materiais

Os aços IF são aços que, por apresentarem baixos percentuais de elementos intersticiais, exibem boa plasticidade e, por isso, vêm sendo usados em aplicações de conformação e estampabilidade profunda de *designs* cada vez mais arrojados e complexos. No entanto, excelentes propriedades plásticas ocorrem em detrimento da resistência mecânica e, por isso, o estudo de sua microestrutura e propriedades em função da composição química é de grande importância na otimização desses aços para tal fim. Este trabalho teve como objetivo avaliar as propriedades mecânicas de aços IF cedidos pela ThyssenKrupp Steel CSA (TKS CSA).

Os aços foram processados termomecanicamente em condições de laminação a quente, a frio e recozimento que simulam o processamento industrial da TKS. A evolução da microestrutura de três aços IF estabilizados ao titânio, – sendo dois deles com percentuais de nióbio e um desses com fósforo – mostrou que os aços sem fósforo se comportam de maneira similar em resistência. O aço com titânio exibiu melhores propriedades plásticas. Embora o aço com fósforo tenha exibido melhores propriedades de resistência com LR/LE mantido entre a laminação a quente e o recozimento e pouco detrimento de ductilidade, foi observado limite de escoamento descontínuo após recozimento. Diferente de titânio, nióbio e fósforo não foram observados por EDS e pode-se inferir que ou são mais eficazes no endurecimento por solução sólida ou formam precipitados entre si deixando carbono e nitrogênio em solução sólida, atuando em ambos os mecanismos de endurecimento (por precipitação e por solução sólida). Microestruturalmente, a estrutura bruta da peça lingotada sofreu recristalização parcial com a laminação a quente e recristalização total apresentando estrutura equiaxial após o recozimento.

Palavras-chave: Microestrutura, propriedades mecânicas, aços IF, titânio, nióbio, fósforo, laminação, recozimento

Abstract of Undergraduate Project presented to DEMM/EP/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Materials Engineer.

MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES EVOLUTION OF THERMOMECHANICALLY TREATED IF STEELS

Bárbara Matos Fieto

July/2013

Advisors: Luiz Henrique de Almeida

Leonardo Sales Araujo

Course: Materials Engineering

IF steels are steels which, due to low percentages of interstitial elements, exhibit good plasticity and, therefore, have been used in forming and deep drawability applications of increasingly bold and complex designs. However, excellent plastic properties occur at the expense of mechanical strength and, therefore, the study of its microstructure, properties and the dependence on the chemical composition is of great importance in optimizing these steels for this purpose. This study aimed to evaluate the mechanical properties of steels IF assigned by ThyssenKrupp Steel CSA (TKS CSA).

The steels were thermomechanically processed, under conditions of hot and cold rolling and annealing, simulating the TKS industrial processing. The evolution of the microstructure of three titanium stabilized IF steels – two of them with percentages of niobium and one of this with phosphorus – showed that steels with no phosphorus behave similar to one another in strength. The steel with titanium showed better plastic properties. Although the steel with phosphorus exhibited the best strength properties with almost the same UTS/YS coefficient between the hot rolling and the annealing conditions at little expense of ductility, discontinuous yield after annealing was observed. Unlike titanium, niobium and phosphorus were not observed by EDS, and it may be inferred that either they are more effective in solid solution hardening or they form precipitates leaving carbon and nitrogen in solid solution, acting in both hardening mechanisms (precipitation and solid solution). Microstructurally the gross structure of the ingot underwent partial recrystallization in hot rolling and complete recrystallization, showing an equiaxed structure after annealing.

Keywords: Microstructure, mechanical properties, IF steel, titanium, niobium phosphorus, rolling, annealing.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 – ESQUEMA BÁSICO DE FABRICAÇÃO DE AÇO IF. REPRODUZIDA DE [25].	21
FIGURA 2 – ILUSTRAÇÃO DE DE UM DESGASEIFICADOR A VÁCUO RH, COM LANÇA DE OXIGÊNIO NO TOPO. REPRODUZIDA DE THYSSENKRUPP CSA.	23
FIGURA 3 – ILUSTRAÇÃO DE DE UM DESGASEIFICADOR A VÁCUO RH, COM LANÇA DE OXIGÊNIO NO TOPO. REPRODUZIDA DE SIEMENS VAI.	24
FIGURA 4 – SEQUÊNCIA TÍPICA DE PROCESSAMENOS TERMOMECÂNICOS APLICADOS A OS AÇOS IF [27]	26
FIGURA 5 – VARIAÇÃO TÍPICA DA RESISTÊNCIA E DUCTILIDADE NO CICLO ENCRUAMENTO-RECOZIMENTO [29].	29
FIGURA 6 - FLUXOGRAMA DO PROCESSAMENTO TERMOMECÂNICO SOFRIDO PELOS TRÊS AÇOS.	42
FIGURA 7 - DIMENSÕES DO CORPO DE PROVA. ADAPTADA DA NORMA ASTM E8/E8M-11.	45
FIGURA 8 - M3A33 COMO RECEBIDO (LINGOTADO).	46
FIGURA 9 - M3A61 COMO RECEBIDO (LINGOTADO).	47
FIGURA 10 - M3A71 COMO RECEBIDO (LINGOTADO).	47
FIGURA 11 - M3A33 APÓS LAMINAÇÃO A QUENTE.	48
FIGURA 12 - M3A61 APÓS LAMINAÇÃO A QUENTE.	49
FIGURA 13 - M3A71 APÓS LAMINAÇÃO A QUENTE.	49
FIGURA 14 - M3A33 APÓS LAMINAÇÃO A FRIO.	50
FIGURA 15 - M3A61 APÓS LAMINAÇÃO A FRIO.	51
FIGURA 16 - M3A71 APÓS LAMINAÇÃO A FRIO.	51
FIGURA 17 - M3A33 APÓS RECOZIMENTO.	52
FIGURA 18 - M3A61 APÓS RECOZIMENTO.	53
FIGURA 19 - M3A71 APÓS RECOZIMENTO.	53
FIGURA 20 - M3A33 APÓS LAMINAÇÃO A QUENTE.	55
FIGURA 21 - M3A61 APÓS LAMINAÇÃO A QUENTE.	56
FIGURA 22 - M3A71 APÓS LAMINAÇÃO A QUENTE.	56
FIGURA 23 - M3A33 APÓS LAMINAÇÃO A FRIO.	57
FIGURA 24 - M3A61 APÓS LAMINAÇÃO A FRIO.	57
FIGURA 25 - M3A71 APÓS LAMINAÇÃO A FRIO.	58
FIGURA 26 - M3A33 APÓS RECOZIMENTO.	58
FIGURA 27 - M3A61 APÓS RECOZIMENTO.	59

FIGURA 28 - M3A71 APÓS RECOZIMENTO.	59
FIGURA 29 - EDS DO AÇO M3A33 APÓS RECOZIMENTO.	60
FIGURA 30 - EDS DO AÇO M3A61 APÓS RECOZIMENTO.	60
FIGURA 31 - EDS DO AÇO M3A71 APÓS RECOZIMENTO.	61
FIGURA 32 – EVOLUÇÃO DA TENSÃO LIMITE DE ESCOAMENTO EM FUNÇÃO DO TRATAMENTO E DO AÇO.	62
FIGURA 33 – EVOLUÇÃO DA TENSÃO LIMITE DE RUPTURA À TRAÇÃO EM FUNÇÃO DO TRATAMENTO E DO AÇO.	62
FIGURA 34 – EVOLUÇÃO DO ALONGAMENTO EM FUNÇÃO DO TRATAMENTO E DO AÇO.	63
FIGURA 35 – CURVAS REPRESENTATIVAS ENTRE OS TRÊS AÇOS PARA A LAMINAÇÃO A QUENTE.	64
FIGURA 36 – CURVAS REPRESENTATIVAS ENTRE OS TRÊS AÇOS PARA A LAMINAÇÃO A FRIO.	65
FIGURA 37 – CURVAS REPRESENTATIVAS ENTRE OS TRÊS AÇOS PARA O RECOZIMENTO.	65

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 – COMPOSIÇÃO QUÍMICA (% EM PESO) DOS AÇOS IF PRODUZIDOS PELA TKS (TKS CSA) OBJETO DO PRESENTE TRABALHO.....	39
TABELA 2 – RESUMO DO PROCESSAMENTO SOFRIDO PELOS TRÊS AÇOS NO LABORATÓRIO COM OS VALORES OBTIDOS DE REDUÇÃO DA SEÇÃO TRANSVERSAL. ESPESSURAS “T” EM MILÍMETROS.	43
TABELA 3 – TAMANHO DE GRÃO OBTIDO PARA CADA UM DOS TIPOS DE AÇO APÓS O RECOZIMENTO.....	54
TABELA 4 – RAZÃO LRT/LE PARA CADA AÇO EM FUNÇÃO DO TRATAMENTO A QUE FORAM SUBMETIDOS.	63

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	15
2.1 DEFINIÇÕES DE AÇO IF	15
2.2 MECANISMOS DE ENDURECIMENTO DE AÇOS IF	16
2.2.1 ENDURECIMENTO POR SOLUÇÃO SÓLIDA	16
2.2.2 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO OU ENVELHECIMENTO.....	17
2.2.3 ENDURECIMENTO POR TEXTURA	17
2.2.4 ENDURECIMENTO POR REFINAMENTO DE GRÃO	18
2.2.5 ENDURECIMENTO POR SOLUTO NO CONTOURO DE GRÃO	18
2.2.6 ENDURECIMENTO POR ENCRUAMENTO OU POR TRABALHO A FRIO	19
2.2.7 ENDURECIMENTO AO FOGO OU POR CURA DA PINTURA A QUENTE (<i>BAKE-HARDENING</i>).....	19
2.3 PRODUÇÃO E PROCESSAMENTO COMERCIAL DOS AÇOS IF	20
2.3.1 ACIARIA E LINGOTAMENTO	21
2.3.2 TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS.....	26
2.3.2.1 MECANISMOS DE EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL.....	29
2.3.2.1.1 PROCESSOS DINÂMICOS.....	30
2.3.2.1.2 PROCESSOS ESTÁTICOS.....	32
2.4 EFEITO DOS ELEMENTOS DE LIGA NOS AÇOS IF	33
2.4.1 EFEITOS DO FÓSFORO.....	33
2.4.1.1 PRECIPITADOS FETIP	34
2.4.1.2 EFEITO DE ELEMENTOS DE LIGA NA SEGREGAÇÃO DE FÓSFORO PARA OS CONTORNOS DE GRÃO	34
2.4.2 EFEITOS DO TITÂNIO.....	35
2.4.3 EFEITOS DO NÍÓBIO.....	36

2.4.3.1 INFLUÊNCIA NA TEXTURA.....	36
2.4.3.2 INFLUÊNCIA NA RESISTÊNCIA.....	37
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	39
3.1 MATERIAL.....	39
3.2 PROCESSAMENTO.....	40
3.3 TÉCNICAS DE ANÁLISE MICROESTRUTURAL E DE PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	44
4 RESULTADOS.....	46
4.1 MICROSCOPIA ÓTICA.....	46
4.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA E EDS.....	55
4.3 ENSAIO DE TRAÇÃO.....	61
5 CONCLUSÃO.....	67
6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	68

1 INTRODUÇÃO

Aços com baixos percentuais de elementos intersticiais são utilizados em aplicações de alta conformabilidade em estampagem profunda. Os primeiros aços usados para atender tais exigências de conformabilidade eram aços baixo carbono e de baixo teor de impurezas. No entanto, com o desafio de produzir formas cada vez mais complexas por conformação, teve início nos anos 70 a pesquisa e o desenvolvimento de aços mais maleáveis e macios que os aços convencionais, sendo assim de maior conformabilidade e estampabilidade. Nessas pesquisas houve o entendimento de que elementos residuais em solução na estrutura de corpo centrado (CCC) da ferrita atuavam sobre a textura cristalográfica, que por sua vez se reflete macroscopicamente na estampabilidade dos aços. Ainda descobriu-se que outros elementos de liga influenciariam a recristalização e a segregação para os contornos de grão. Surgiram então os aços IF (do inglês "*interstitial-free*": livre de elementos intersticiais), uma vez que os aços baixo carbono, além da baixa qualidade superficial, eram de difícil conformação, em função da presença de elementos intersticiais na sua estrutura.

Os aços IF são uma classe de aços que se distingue dos aços convencionais pelas seguintes propriedades: baixo limite de escoamento, alta qualidade superficial e grande alongação total. Tais propriedades são possibilitadas pelo controle de intersticiais, como o carbono e nitrogênio.

Logo, a produção e processamento dos aços IF necessita de etapas que minimizem a presença de carbono e nitrogênio em solução. Além dos avanços tecnológicos nas técnicas de degaseificação a vácuo, que permitiram à aciaria produzir aços com teores cada vez mais baixos de carbono e nitrogênio – menores que 25-30 ppm ou 0,0025 a 0,0030% cada –, o desenvolvimento industrial dos aços IF se deu graças à evolução de duas linhas de desenvolvimento na siderurgia: a de aços para conformação, com a otimização da fixação de elementos intersticiais em precipitados carbeto e nitreto, e a de aços microligados, com o uso de titânio e nióbio na formação de fases que podem se precipitar nesses aços e remover em extensão máxima possível os elementos intersticiais da solução sólida.

Hoje em dia, o mercado mais proeminente de aplicação para aços IF é na indústria automobilística, mais precisamente como material usado na confecção de pára-lama, capô e tampa de porta-malas entre outros. Nesse sentido, um material mais dúctil é necessário para atender não só as exigências de estampagem, mas também para utilizar uma eventual energia de colisão se deformando e reduzindo assim parte da energia que pode atingir o usuário do produto final. Além disso, a leveza, hoje em dia, se torna crucial tanto na esfera econômica, reduzindo o consumo de combustível, quanto na esfera ambiental, mitigando as emissões de restos da queima de combustível poluente para o meio ambiente.

Entretanto, a maior plasticidade adquirida é acompanhada de perda na resistência mecânica, que se tornou o grande desafio no desenvolvimento de aços IF. As precipitações afetam mecanismos de restauração ocorridos durante os processamentos termomecânicos e, por isso têm importância na avaliação da evolução microestrutural e de propriedades dos aços IF.

Sendo as aplicações dos aços IF aquelas que requerem excelente conformabilidade e uma vez que o problema jaz na baixa resistência mecânica, logo é imperativo entender os efeitos da composição química e do processamento na microestrutura e nas propriedades desses aços.

As seções deste trabalho irão discutir alguns desses efeitos a fim de permitir a avaliação da evolução microestrutural e das propriedades mecânicas em função dos tratamentos termomecânicos realizados e da variação de composição química entre três diferentes tipos de aços.

Para isso, os três tipos de aços IF cedidos pela Companhia Siderúrgica do Atlântico da ThyssenKrupp Steel foram laminados a quente e a frio e recozidos em condições que simulam o procedimento industrial. Os três aços se diferem em composição química, sendo que o primeiro apresenta somente titânio, o segundo, titânio e nióbio e o terceiro, titânio, nióbio e fósforo. Em cada etapa, foram medidas as propriedades mecânicas através do ensaio de tração uniaxial e a microestrutura foi caracterizada por microscopia óptica. Análises de EDS também foram feitas a fim de auxiliar na identificação de precipitados formados durante o processamento.

Com os resultados observou-se que os aços sem fósforo se comportam de maneira similar em resistência. O aço com titânio exibiu melhores propriedades plásticas. Embora o aço com fósforo tenha exibido melhores propriedades de

resistência com LR/LE mantido entre a laminação a quente e o recozimento e pouco detrimento de ductilidade, foi observado limite de escoamento descontínuo após recozimento, o que não é desejável para as aplicações de conformabilidade à que se destinaria. Diferente de titânio, nióbio e fósforo não foram observados por EDS e pode-se inferir que ou são mais eficazes no endurecimento por solução sólida ou formam precipitados entre si deixando carbono e nitrogênio em solução sólida atuando em ambos tipos de endurecimento (por precipitação e por solução sólida). Microestruturalmente, a estrutura bruta da peça lingotada sofreu recristalização parcial com a laminação a quente e recristalização total apresentando estrutura equiaxial após o recozimento.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 DEFINIÇÕES DE AÇO IF

A sigla “IF”, do inglês “*interstitial-free*”, expressa a ausência de elementos intersticiais na matriz ferrítica de alguns aços, podendo definir aços IF como aços de composição com ultra baixo carbono e nitrogênio, os quais são retirados do estado de solução sólida podendo formar precipitados pela adição de elementos formadores de carbeto e nitreto tais como o titânio e o nióbio, deixando assim, em juízo ao nome, o aço livre de elementos intersticiais.

Não existe uma classificação padronizada de aços IF. Geralmente, eles são distinguidos pelo elemento que estabiliza os solutos. Por exemplo, se fala em aços IF estabilizados por titânio, por nióbio ou por ambos. Podem existir ainda aços IF de alta resistência e aços IF “envelhecíveis” ou “Bake Hardenable” durante a cura da pintura a quente de peças conformadas. Quando o endurecimento por solução sólida é promovido por adições de fósforo, este aço é normalmente chamado de IF refosforado (IF-P).

Para cada tipo de aço IF a precipitação será diferente e dependente das diferenças na composição química e no processamento termomecânico, o que pode afetar a microestrutura e textura final do material [1,2]

Em aços estabilizados por titânio, esse elemento atua capturando N e C para a formação de precipitados. A sequência de precipitação aceitável é TiN, TiS, $Ti_4C_2S_2$ e TiC, à medida que a temperatura diminui [3].

Em aços estabilizados por titânio e nióbio com quantidades relativamente mais altas do primeiro, quantidade significativa de nióbio pode permanecer em solução sólida [4-8]. Nesse caso, esses solutos são benéficos para as propriedades desejadas, especialmente em alguns processos termomecânicos. O carbono pode ser estabilizado pela formação de precipitados $(Nb, Ti)_4C_2S_2$ [9], embora a precipitação de TiC e NbC também possa ser notada.

Porém, em uma classe de aços IF chamada *bake-hardening* (endurecidos por cura da pintura à quente) é desejável algum carbono em solução sólida e, portanto, a

estabilização do carbono e a dissolução do mesmo é essencial para obter certas propriedades.

Já os solutos de nitrogênio são removidos pela formação de precipitados TiN e AlN. Além desses precipitados, outros produtos de reações de precipitação são TiS, MnS, TiC, NbC e NbN.

Mecanicamente, os aços IF possuem alta conformabilidade e estampabilidade, pois sem os elementos intersticiais estes aços são maleáveis e macios. No entanto, a ausência de elementos intersticiais pode levar ao comprometimento da resistência mecânica. A indústria vem fazendo esforços no sentido de aumentar a dureza e a resistência mecânica dos aços IF, especialmente por solução sólida e encruamento.

2.2 MECANISMOS DE ENDURECIMENTO DE AÇOS IF

2.2.1 ENDURECIMENTO POR SOLUÇÃO SÓLIDA

A adição de elementos substitucionais ou intersticiais aumenta a resistência mecânica de um material devido, de maneira geral, aos efeitos ocasionadores de distorções causados pela diferença das seguintes propriedades entre o soluto e o solvente: tamanho, módulo elástico e eletronegatividade.

Os solutos intersticiais ocupam interstícios octaédricos do reticulado do ferro, causando uma distorção assimétrica e por isso promovem resistência de 10 a 100 vezes mais pronunciada no aço que os solutos substitucionais, os quais ocupam o lugar do ferro na rede cristalina e causam uma distorção simétrica [10].

Como nos aços IF os elementos intersticiais carbono e nitrogênio são quase completamente retirados da solução sólida e estabilizados como precipitados, o endurecimento dos aços IF por solução sólida de átomos intersticiais não é muito significativo, cabendo aos átomos substitucionais um papel de maior importância para este mecanismo de endurecimento.

2.2.2 ENDURECIMENTO POR PRECIPITAÇÃO OU ENVELHECIMENTO

A estabilização do carbono por outros elementos gera carbetos, os quais atuam no bloqueio à movimentação das discordâncias, levando a um aço com alta capacidade de se deformar plasticamente mas mantendo certa resistência mecânica.

Além da quantidade, é também importante o controle de outras características dos precipitados, tais como: o tamanho, morfologia e distribuição, já que também influenciam as propriedades mecânicas.

A quantidade desses precipitados é baixa. Ao mesmo tempo, esses precipitados são relativamente grosseiros (10 a 400 nm) e, por isso, o incremento do endurecimento por precipitação é em torno de 1 a 5 MPa, o que não é muito significativo nos aços IF [11-13].

2.2.3 ENDURECIMENTO POR TEXTURA

Textura é a orientação preferencial adquirida por planos atômicos e direções cristalinas de um material anisotrópico. Logo, um material com textura apresentará variações das propriedades mecânicas em função da direção. Tal anisotropia é desejada na obtenção de chapas com boa estampabilidade.

Nas chapas laminadas a textura é descrita pelos planos cristalográficos paralelos à superfície da chapa bem como pelas direções cristalográficas deste plano que ficam paralelas à direção de laminação. Nos metais CCC predomina $\{100\} \langle 110 \rangle$.

Sabe-se que precipitados grosseiros e espaçados favorecem a formação de texturas $\{111\}$, o que resulta em boa estampabilidade, enquanto que precipitados finos e densos inibem a recristalização e o crescimento do grão causando propriedades relativamente inferiores de ductilidade [14].

Macroscopicamente, o desenvolvimento de tais texturas fica evidente nas variações do módulo de elasticidade, limite de escoamento, alongamento e muitas outras propriedades conforme a direção em que são medidas (anisotropia plástica). A caracterização mais conveniente é realizada através da medição das deformações transversais em ensaios de tração de amostras de chapas.

2.2.4 ENDURECIMENTO POR REFINAMENTO DE GRÃO

O contorno de grão por si só atua como uma barreira ao movimento das discordâncias.

A dificuldade encontrada por discordâncias ao se propagarem de um grão para o outro é aumentada à medida que a diferença de orientação cristalográfica entre os grãos é maior. No caso de contornos de alto ângulo, as discordâncias não têm sucesso em se propagar para o próximo grão, se acumulam e se empilham no contorno gerando degraus e concentração de tensões à frente de seus planos de deslizamento, que são uma fonte de novas discordâncias em grãos adjacentes. Além disso, a falta de ordenação atômica nos contornos é uma descontinuidade de planos de escorregamento de um grão para o outro. Tendo em consideração os dois fatos mencionados, e observando que um material de granulação fina apresentará uma maior área de contornos de grão, fica evidente que materiais com grãos refinados mostram resistência mecânica e dureza superiores.

A relação da resistência mecânica com o tamanho de grão foi estabelecida empiricamente e chamada de relação de Hall-Petch em homenagem aos pesquisadores pioneiros nesta observação: quanto menor o tamanho de grão, maior o limite de escoamento apresentado pelo material.

2.2.5 ENDURECIMENTO POR SOLUTO NO CONTORNO DE GRÃO

Sendo os contornos de grão regiões de desajuste atômico, os átomos de soluto tendem a se segregar para essas regiões distorcidas da microestrutura, a fim de diminuir a energia global do sistema. Isso resulta em um aumento na densidade de discordâncias nos contornos e conseqüentemente de degraus [15]. O tamanho dos degraus formados é função do número, coalescência e aglomeração de discordâncias nos contornos de grão.

No estudo de ligas de Sn, Pb e Zn [16] foi observado que solutos podem trazer um efeito endurecedor ou amolecedor de acordo com a energia de ligação entre o soluto e lacunas, ou seja, causando o fortalecimento ou enfraquecimento da ligação na interface [17-20]. Se essa energia é positiva há o endurecimento do grão, e isto está

relacionado com a estabilidade termodinâmica dos aglomerados (*clusters*) de solutos no contorno de grão. Se essa energia é negativa ocorre o amolecimento.

2.2. 6 ENDURECIMENTO POR ENCRUAMENTO OU POR TRABALHO A FRIO

Encruamento é o fenômeno pelo qual um metal dúctil se torna mais duro e mais resistente quando submetido a uma deformação plástica a baixa temperatura (em relação à temperatura de fusão do metal). Acontece, na maioria dos metais, à temperatura ambiente. Esse aumento na dureza e resistência ocorre em detrimento da ductilidade.

Esse mecanismo de endurecimento é explicado com base em interações entre as discordâncias e os campos de deformação das mesmas. A densidade de discordâncias em um metal aumenta com a deformação. Então, a distância média de separação entre as discordâncias diminui. Sabendo que, na média, as interações de deformação discordância-discordância são repulsivas, logo, o movimento de uma discordância é dificultado pela presença de outra, o que leva ao aumento na resistência e na dureza do aço e, conseqüentemente, da tensão necessária para deformá-lo. Além disso, as discordâncias formam degraus e barreiras imobilizando umas às outras e em consequência aumentando sua densidade.

Os efeitos do encruamento podem ser removidos através de um tratamento térmico de recozimento. Há uma certa faixa de temperatura na qual a ductilidade é bem recuperada sem que haja grande perda de dureza e resistência.

2.2.7 ENDURECIMENTO AO FOGO OU POR CURA DA PINTURA A QUENTE (*BAKE-HARDENING*)

Aços IF BH são aços IF com algum carbono em solução (5 a 20 ppm) para o endurecimento de aproximadamente 50 MPa em função do encharque causado pela pintura a quente feita a temperaturas em torno de 170°C por cerca de 20 minutos [21].

Os elementos em solução sólida ancoram, durante o processo de cura da pintura, as discordâncias formadas pela deformação plástica provocada pelo encruamento e/ou estampagem.

Dois modos para deixar o carbono em solução podem ser executados: pela adição de quantidades definidas de elementos de liga para se combinarem com nitrogênio, enxofre e carbono ou pela estabilização de todos os intersticiais para que ocorra, durante o recozimento, a redissolução de alguns precipitados revertendo assim algum carbono em solução.

Ambos os métodos exibem melhorias nas propriedades pela adição de nióbio para combinar com o carbono, pois a formação do precipitado NbC deixa mais fácil o controle da quantidade de carbono em solução sólida para o endurecimento. Já o titânio, por formar vários compostos com diversos solutos, torna mais difícil o controle desse parâmetro [22-24].

2.3 PRODUÇÃO E PROCESSAMENTO COMERCIAL DOS AÇOS IF

Visto que a proporção de ferro-carbono dos aços IF descaracteriza a definição convencional de “aço” como uma liga ferro-carbono com percentagens desse último elemento entre 0,008% a 2,7%, eles apresentarão produção, processamento e propriedades diferentes em relação aos aços convencionais, no sentido de controlar os intersticiais, ou seja, de promover sua redução como constituinte e em seguida de proporcionar sua estabilização. A diferenciação começa nas técnicas empregadas na aciaria e no lingotamento, com o objetivo de reduzir ao máximo a presença de nitrogênio, carbono e enxofre. Subsequentemente a estabilização desses solutos irá ocorrer via reações de precipitação, sendo de essencial controle principalmente nos processamentos termomecânicos de laminação a quente e recozimento.

2.3.1 ACIARIA E LINGOTAMENTO

O principal objetivo de uma aciaria é converter o gusa proveniente dos alto-fornos em aço líquido em uma faixa de composição química especificada e de temperatura. No caso dos aços IF, limitar o teor de carbono, nitrogênio e demais intersticiais é de extrema importância. Um esquema básico de fabricação de aço IF é apresentado na Figura 1 [25].



Figura 1 – Esquema básico de fabricação de aço IF. Reproduzida de [25].

Na aciaria, o aço passa por duas etapas: o refino primário no conversor, e o refino secundário ou metalurgia de panela no degaseificador.

Nos conversores, argônio é borbulhado pelo fundo para agitar o banho de aço líquido e estimular que novas regiões do metal líquido fiquem em contato com o oxigênio soprado por cima do banho através de uma lança de cobre arrefecida. O sopro de oxigênio e suas reações têm os objetivos de remover do banho silício, manganês, fósforo, enxofre e carbono – os quais em estado oxidado vão formar a escória junto de elementos escorificantes inseridos no conversor, como a cal –, de aquecer o banho para contribuir com reações subsequentes e de formar bolhas que auxiliam o argônio na agitação do banho.

O sopro passa por três períodos. No primeiro período há oxidação quase completa do silício e oxidação acentuada do manganês como SiO_2 e MnO , respectivamente, e a desfosforação é iniciada. Entretanto, também há a oxidação considerável do ferro como FeO (no ponto de fogo, na interface metal/escória, na escória e na interface jato de O_2 /escória) e Fe_2O_3 (na interface jato de O_2 /escória). À

medida que os teores de silício e manganês no banho metálico diminuem deixando oxigênio disponível, a temperatura do banho sofre um aumento e há a formação de uma emulsão metal-escória, os quais formam as condições para que a descarburização seja a única reação importante, já que a velocidade de descarburização depende da do teor de silício no banho – sendo máxima para corridas de ferro-gusa dessilicado – , além da vazão de oxigênio.

Quando a velocidade de descarburização atinge seu valor máximo, inicia-se o segundo período ou fase de sopro. A formação de monóxido de carbono pela reação de oxidação do carbono produz o que é chamado de escória espumante, a qual ocupa a maior parte do conversor. A oxidação do carbono também produz dióxido de carbono. Nesta fase, FeO e MnO são revertidos da escória para o banho. Como o P_2O_5 formado pela desfosforação tem alta reatividade, o fósforo também tem a tendência de ser revertido ao banho. Para evitar a reversão do fósforo, deve-se promover maior agitação do banho, a qual em conjunto com a queima de carbono força a migração do fósforo para a escória em formação. Ainda, é importante promover a diminuição da atividade do P_2O_5 pela sua dissolução na escória e sua fixação pelo CaO na forma de fosfato de cálcio.

O terceiro período de sopro é caracterizado pela diminuição da velocidade de descarburização em função da redução de carbono no banho e, portanto, da difusão de carbono até as interfaces onde ocorrem as reações, e pelo aumento gradativo da oxidação de ferro e de manganês. A temperatura mais elevada não favorece a desfosforação.

Devido ao fato de que o ambiente interior do convertedor é altamente oxidante, a dessulfuração é prejudicada. Por isso a dessulfuração ocorre em base escorificante, ou seja, formando CaS, que, por sua vez, precisa de alta temperatura e é mais efetiva nesse último período de sopro, já que ocorre uma aceleração na dissolução de CaO, elevando a basicidade de escória a níveis adequados. Há também dessulfuração pela fase gasosa. Os teores de enxofre e fósforo no aço estão mais atrelados aos seus respectivos teores no ferro-gusa, na sucata e na cal e, para aços IF, devem ser inferiores a 40 ppm (0,0040%) [26].

O nitrogênio é reduzido graças ao arraste promovido pelos gases gerados no sopro de oxigênio, principalmente o monóxido de carbono.

A evolução dos aços IF se deu graças aos degaseificadores a vácuo. O degaseificador à vácuo é um reator que contém dois tubos refratários chamados *snorkels* que são submergidos no aço líquido. O vácuo é criado dentro do reator, através de bombas de vácuo.

Argônio é injetado em um dos *snorkels* durante todo o processo, causando uma redução na densidade do aço líquido, que por sua vez, causa um fluxo de aço através dele, o qual penetra no reator e volta para a panela através do outro *snorkel*, promovendo uma circulação do aço líquido entre a panela e o vaso. Logo, o fluxo de aço que entra no degaseificador será proporcional à quantidade de argônio injetada. Assim, é possível que todo o aço líquido circule entre o vaso e panela e seja, portanto, submetido ao vácuo do degaseificador (Figura 2 e Figura 3).

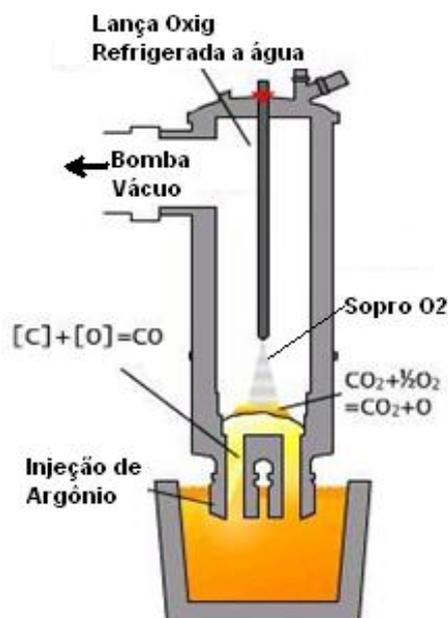


Figura 2 – Ilustração de um degaseificador a vácuo RH, com lança de oxigênio no topo. Reproduzida de ThyssenKrupp CSA.



Figura 3 – Ilustração de um degaseificador a vácuo RH, com lança de oxigênio no topo. Reproduzida de Siemens VAI.

A velocidade de descarburização no degaseificador será dependente da pressão dentro do mesmo, do teor de oxigênio dissolvido e da vazão de injeção de argônio no (taxa de circulação). A pressão reduzida dentro do degaseificador, devido à formação de vácuo, favorece a reação de formação de monóxido de carbono.

Terminada a descarburização, alumínio é adicionado para remover o oxigênio remanescente no banho e elementos de liga como titânio, nióbio e fósforo são adicionados em proporções definidas para garantir as propriedades desejadas do aço IF.

Algum decréscimo de nitrogênio pode ocorrer no degaseificador, todavia é requerido tempo para queda significativa. Aqui, esforços são mais direcionados para evitar a incorporação de nitrogênio nos processos posteriores. O contato do aço líquido com o ar pode provocar um incremento de 4 ppm a 30 ppm (0,0004 a 0,0030%) de nitrogênio [27].

O lingotamento contínuo tem como principal objetivo solidificar o aço e garantir as dimensões (espessura, largura e comprimento) requeridas pelos processos posteriores bem como a maior qualidade interna e superficial das placas de aço produzidas.

O aço líquido que sai do processo de degaseificação a vácuo é transferido para a máquina de lingotamento contínuo e vazado no distribuidor, o qual, por sua vez,

possui veios que alimentam de forma suave, constante e controlada os moldes da máquina de lingotamento.

Adiciona-se pó de cobertura à superfície do metal líquido no distribuidor para a flotação e absorção adicional de inclusões, proteção contra oxidação pelo contato com o ar atmosférico, absorção de hidrogênio e nitrogênio e perda excessiva de temperatura do aço líquido. Também pode ser feita a injeção de gás inerte (purga) para eliminar hidrogênio, nitrogênio e oxigênio.

Além disso, é permitido ainda no distribuidor promover desoxidação ou dessulfuração adicional do aço e adições de elementos de liga, que podem gerar pequenas modificações na composição química do aço e atuar no refino de grão e na precipitação durante a solidificação do aço.

Os moldes são de cobre eletrolítico e refrigerados a água e trabalham em um movimento oscilatório que não permite a aderência do metal líquido às suas paredes mas ao mesmo tempo efetua a remoção de calor do aço líquido para propiciar a formação da pele solidificada com espessura suficiente para resistir à pressão do metal líquido. No molde, adiciona-se à superfície do metal pó fluxante cujas funções são basicamente as mesmas que as do pó de cobertura no distribuidor.

Agitadores eletromagnéticos podem ser usados para provocar a quebra de uma estrutura constituída por dendritas colunares, que gerariam grãos grosseiros, promovendo a formação de dendritas equiaxiais, as quais tendem a gerar uma estrutura de grãos menores. Ainda promovem a aglomeração de pequenas partículas de inclusões não metálicas, gerando inclusões maiores que flutam mais rapidamente.

Os benefícios do uso de agitadores eletromagnéticos em geral são : reduzir a segregação, melhorar a qualidade superficial e sub-superficial do produto, aumentar a limpidez interna dos produtos lingotados e aumentar a resistência à formação de trincas durante a solidificação ou transporte dos produtos lingotados.

A fim de evitar o incremento de carbono e nitrogênio, de maneira geral, devem ser tomados cuidados tais como: pureza do oxigênio soprado e do argônio injetado no conversor e no degaseificador, teor de carbono do refratário do degaseificador, da panela e do distribuidor no lingotamento contínuo, métodos de selagem de argônio na máquina de lingotamento contínuo, tipo de aço processado anteriormente no degaseificador e na panela, elementos de liga adicionados, assim como do pó de cobertura e pó fluxante utilizado no distribuidor e molde do lingotamento contínuo. Um

incremento de até 10 ppm (0,0010%) de carbono e nitrogênio pode ocorrer devido a estas falhas [28].

2.3.2 TRATAMENTOS TERMOMECÂNICOS

Após o lingotamento contínuo, os aços IF passam, de modo geral, por uma sequência típica de processamentos termomecânicos que afetarão sua microestrutura; textura; a distribuição dos solutos; a precipitação, a quantidade, o tamanho e a distribuição dos precipitados; o tamanho do grão ferrítico e suas propriedades finais. São eles: reaquescimento da placa, laminação a quente, resfriamento e bobinamento, laminação a frio, recozimento ou galvanização, laminação de acabamento e eletro galvanização, mostrados na Figura 4.

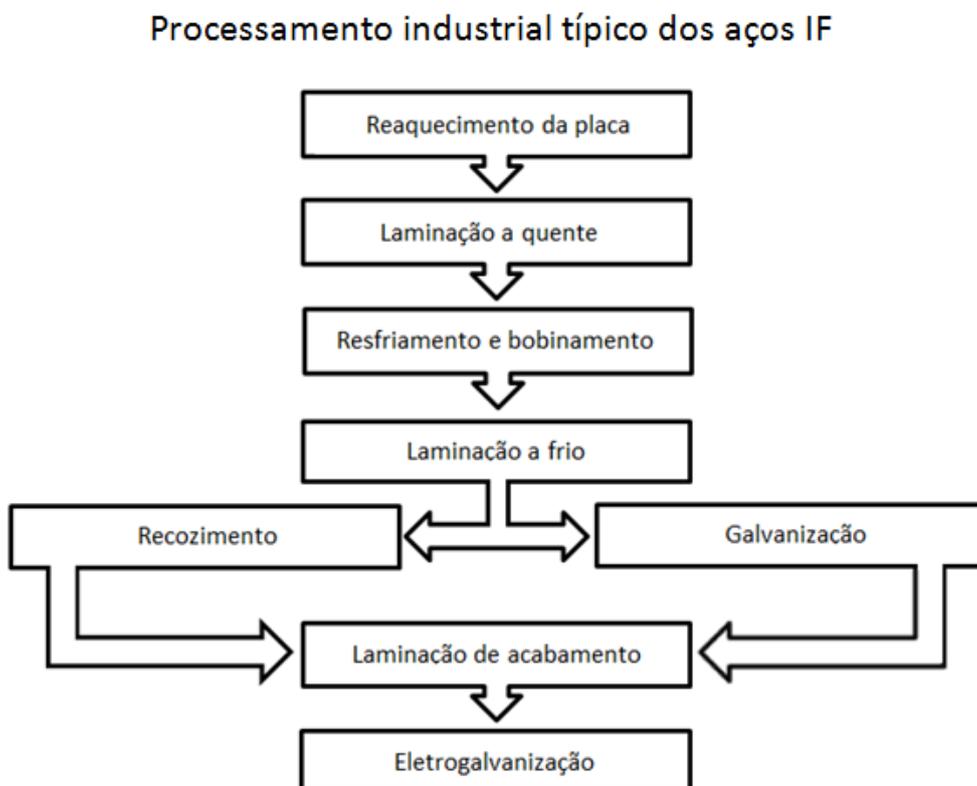


Figura 4 – Sequência típica de processamentos termomecânicos aplicados a os aços IF [27] .

A laminação é uma operação de conformação na qual a peça metálica passa entre dois rolos. Os rolos induzem uma força ou tensão compressiva de magnitude maior que o limite de escoamento do material conformado causando uma redução na espessura.

Operações de conformação podem ser chamadas de trabalho a quente quando o limite inferior de temperatura é a menor temperatura para a qual a taxa de recristalização é rápida o bastante para eliminar o encruamento quando o metal está submetido àquela temperatura e geralmente está em torno da metade do ponto de fusão do metal. O limite superior de trabalho a quente é determinado pela temperatura em que ocorre o início de fusão ou o excesso de oxidação [29].

Para um dado material, a menor temperatura de trabalho a quente dependerá de fatores tais como a quantidade de deformação e o tempo em que o material estará submetido à temperatura em questão. Já que, quanto maior o grau de deformação, menor é a temperatura de recristalização, a temperatura mínima para o trabalho a quente diminuirá para grandes deformações. Um metal trabalhado com alta taxa de deformação e resfriado rapidamente irá requerer uma temperatura de trabalho a quente mais alta do que um metal deformado e resfriado lentamente, para obter um mesmo grau final de deformação.

Em geral, a temperatura mais alta de trabalho a quente é limitada por cerca de 38°C abaixo do ponto de fusão, para considerar a possibilidade de haver regiões de segregação de material de ponto de fusão inferior, o que é um risco de esboroamento em pedaços de um material durante a deformação. Esta condição é denominada *fragilidade a quente* ou *queima* [29].

Grande parte das operações de trabalho a quente são realizadas em passes múltiplos. Geralmente, a temperatura de trabalho para os passes intermediários é mantida bem acima do limite inferior de temperatura de trabalho com o intuito de aproveitar a economia que se obtém por se possuir menores tensões de escoamento nestas condições. Contudo, a estas temperaturas haverá certo crescimento de grão subsequente à recristalização. Como um produto com grãos finos é geralmente desejável, é comum diminuir a temperatura de trabalho do último passe até o crescimento de grão durante o resfriamento ser desprezível. Esta *temperatura de acabamento* é frequentemente pouco superior à temperatura mínima de recristalização

do material. A fim de garantir a obtenção de grãos finos recristalizados, a quantidade de deformação no último passe deve ser relativamente grande.

Em operações de trabalho a quente, pelo fato de que o metal permanece macio e dúctil, a força necessária para induzir a deformação requerida é menor do que para o mesmo esforço no trabalho a frio. Todavia, a maioria dos metais sofre alguma oxidação superficial, o que resulta em perda do material e deficiente acabamento final da superfície.

Já o trabalho a frio, assim definido para temperaturas de até um terço do ponto de fusão do material, provoca um aumento na resistência por encruamento, com uma conseqüente redução da ductilidade. Em relação ao trabalho a quente, produz melhor acabamento da superfície e melhores propriedades mecânicas, assim como o controle dimensional mais preciso da peça acabada. A deformação total é geralmente obtida através de uma série de etapas de pequenas deformações sucessivas.

Os parâmetros termomecânicos usados durante a laminação a quente afetam a textura e a microestrutura do material. Um controle adequado do tamanho de grão na laminação a quente e também da textura nessa etapa, são fundamentais para aumentar as propriedades de conformação do material após recozimento [30].

Um tratamento térmico de recozimento se faz necessário para fornecer melhores características de ductilidade e resistência ao material que acaba de ser deformado. Esse tratamento térmico anulará parcialmente (ou até mesmo totalmente) os efeitos do trabalho a frio, afim de que o aço IF possa ser utilizado em procedimentos de fabricação que exigem uma extensa deformação plástica, como a deformação extra profunda, dando continuidade no processo de conformação sem a ocorrência de uma fratura ou um consumo excessivo de energia.

Com um adequado ajuste do ciclo trabalho a frio-recozimento, um produto poderá ser produzido com qualquer grau de encruamento desejado. Se o produto final tiver que ser mais resistente que o material totalmente recozido, então a operação final deverá ser uma etapa de trabalho a frio com o grau de deformação próprio para produzir a resistência desejada, o que provavelmente vai requerer uma etapa posterior de alívio de tensões para remover as tensões residuais. Isso permite maior controle das propriedades do que controlar somente através do tempo e temperatura de recozimento. A Figura 5 mostra a variação típica da resistência e ductilidade no ciclo encruamento-recozimento.

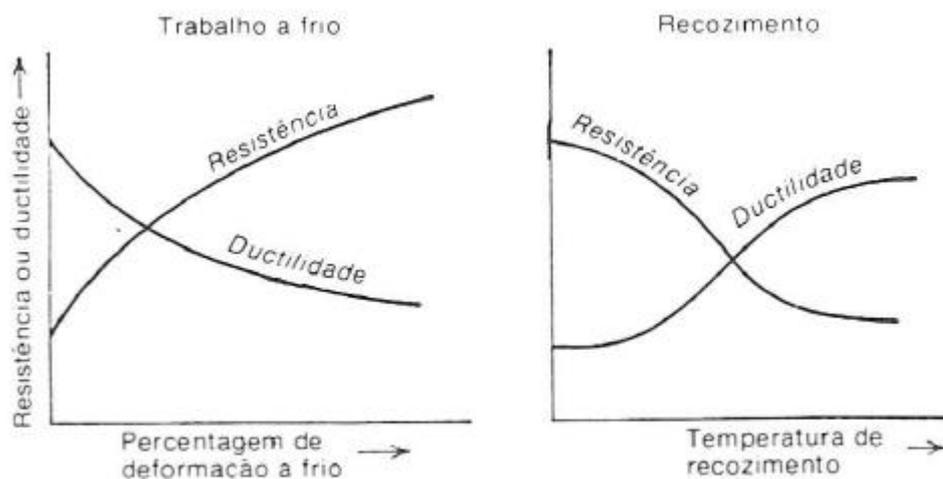


Figura 5 – Variação típica da resistência e ductilidade no ciclo encruamento-recozimento [29].

A estabilização dos solutos intersticiais não é apenas dependente do processamento termomecânico durante laminação a quente, mas também é afetada pelos ciclos térmicos empregados no recozimento. Deve-se atentar para que a temperatura de recozimento esteja abaixo da temperatura de dissolução dos precipitados. O TiN, por exemplo, é estável para temperaturas de recozimento tipicamente empregadas, mas pode haver a dissolução de carbeto, o que é deletério se o NbC é o precipitado estabilizador.

Como é desejável obter uma microestrutura com grãos finos, o procedimento de recozimento deve ser finalizado antes que haja um crescimento apreciável dos grãos. Devido à exposição a temperatura elevada, oxidação ou escamação da superfície podem ocorrer. No entanto tais adversidades podem ser prevenidas ou minimizadas realizando o recozimento em temperatura relativamente baixa (mas ainda acima da temperatura de recristalização) ou em uma atmosfera não oxidante.

2.3.2.1 MECANISMOS DE EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL

O processamento termomecânico induz fenômenos que controlam a evolução microestrutural. Os mecanismos chave que atuam durante o trabalho a quente e o tratamento térmico subsequente são: recuperação dinâmica, recristalização dinâmica,

recristalização meta-dinâmica, recuperação estática, recristalização estática e crescimento de grão [31,32].

2.3.2.1.1 PROCESSOS DINÂMICOS

Como o nome sugere, os processos dinâmicos ocorrem durante o trabalho a quente. Sob deformação, defeitos são gerados na rede cristalina sendo os defeitos de linha denominados discordâncias os mais importantes. À medida que a deformação aumenta, a resistência à deformação também aumenta devido à maior quantidade de discordâncias criada. Entretanto, a densidade de discordâncias não aumenta sem limite, devido aos fenômenos de recuperação e recristalização dinâmica.

Durante a deformação, uma fração de energia gasta para deformar o material é armazenada no metal na forma de energia de deformação. Esta energia está associada às zonas de tração, compressão e cisalhamento ao redor das discordâncias recém criadas

Para distinguir a ocorrência dos fenômenos de recuperação e recristalização estática ou dinâmica, se faz necessário entender o significado de “energia de falha de empilhamento” ou “energia de defeito de empilhamento” (EFE ou EDE). Uma falha de empilhamento é uma interrupção na sequência de empilhamento das camadas da estrutura cristalina, as quais armazenam certa energia de falha de empilhamento. A largura da falha de empilhamento é consequência por um lado do equilíbrio entre a força de repulsão entre duas discordâncias parciais – aquelas nas quais o movimento dos átomos não completa a translação da rede cristalina – e por outro lado da força atrativa, devido à tensão superficial da falha de empilhamento. A largura de equilíbrio entre essas duas forças é determinada pela energia de falha de empilhamento: se é baixa, faz com que a mobilidade das discordâncias em um material diminua.

Em metais com alta EFE (por exemplo, alumínio e suas ligas, aços ferríticos e ligas de titânio), a *recuperação dinâmica* predomina. Durante esse processo, discordâncias individuais ou pares de discordâncias são aniquilados devido à facilidade de movimentação, nesse caso por escalagem (saída da discordância de seu plano de deslizamento para um plano paralelo situado diretamente acima ou abaixo) – e subsequente eliminação de discordâncias de sinais opostos –, e a formação de

células e subgrãos que agem como aprisionadores facilitando a captura de discordâncias móveis. Como subgrãos são formados e destruídos continuamente durante o trabalho a quente, o material deformado frequentemente contém uma coleção de subgrãos equiaxiais (de baixa desorientação em torno dos seus contornos) dentro dos grãos primários alongados [32,33]. Por isso, o processo de recuperação dinâmica produz baixas tensões em altas temperaturas, a nucleação e crescimento de lacunas são retardados e a ductilidade é alta.

A evolução da microestrutura em materiais de alta EFE (e em alguns de baixa EFE) trabalhados a temperaturas mais baixas, tais como aquelas características de trabalho a frio, é similar. Nessas temperaturas, subgrãos também podem se formar e servir como “fossas” para as discordâncias. Todavia, esses subgrãos são mais estáveis. Então, quanto mais discordâncias são absorvidas para dentro dos seus contornos, é desenvolvido um aumento de desorientações, que eventualmente dá origem a uma estrutura equiaxial de contornos de alto ângulo. Tal mecanismo forma a base para o refinamento de grão e é chamado *recristalização dinâmica contínua* devido à gradual natureza de formação de contornos de alto ângulo com o aumento da deformação [34-36].

Em materiais com baixa EFE (ex., ferro e aço no campo austenítico, cobre e níquel), a recuperação dinâmica ocorre a taxas mais baixas sob condições de trabalho a quente porque as discordâncias móveis estão dissociadas. Por isso, a escalagem é dificultada. Isso conduz, de certa maneira, a densidades mais altas de discordâncias do que nos materiais controlados por recuperação dinâmica. Além disso, com o aumento da temperatura, a mobilidade dos contornos de grão aumenta rapidamente. Diferenças na densidade de discordâncias através do contorno de grão somadas à alta mobilidade causam nucleação e crescimento de novos grãos livres de deformação através de um processo de *recristalização dinâmica descontínua* [32,37]. Sob grandes deformações, é obtida uma estrutura completamente recristalizada. Todavia, os grãos recristalizados são continuamente deformados e então experimentam ciclos adicionais de recristalização dinâmica. Não obstante, é alcançado um estado de equilíbrio dinâmico no qual a taxa de criação de discordâncias devido à deformação imposta é balanceada pela eliminação de discordância por consequência da nucleação e do crescimento de novos grãos, assim como por alguma recuperação dinâmica. Então, embora uma estrutura de grão nominalmente equiaxial seja obtida a grandes deformações, distribuição de energia armazenada não é uniforme.

A presença de precipitados pode afetar a evolução da microestrutura durante o trabalho a quente de materiais com alta ou baixa EFE. Em materiais com alta EFE, partículas podem afetar a homogeneidade e magnitude da subestrutura das discordâncias que evolui. Em materiais de baixa EFE, partículas que podem afetar a evolução da subestrutura servem como obstáculos à migração de contorno durante a recristalização.

2.3.2.1.2 PROCESSOS ESTÁTICOS

Discordâncias residuais do trabalho a quente têm um papel importante na evolução da microestrutura durante o tratamento térmico subsequente.

Em materiais com alta EFE, recuperação estática ou recuperação e recristalização estáticas podem acontecer, dependendo do nível de deformação armazenado, da taxa com a qual o material é reaquecido, da temperatura de recozimento e da mobilidade de contornos. A *recuperação estática* é similar à recuperação dinâmica na qual a escalagem e absorção de discordância pelos subcontornos ocorrem. Também pode haver crescimento de subgrãos, diminuindo ainda mais a densidade de discordâncias. Entretanto, um material totalmente livre de deformação pode não ser obtido mesmo depois de longos períodos de recozimento na ausência de recristalização estática. Em metais com alta EFE como alumínio com precipitados, *recristalização estática* também pode ocorrer como resultado de uma nucleação estimulada pelo precipitado [31]. Nesses casos, subgrãos em regiões de mais alta deformação local, adjacentes aos precipitados, servem como núcleos para a recristalização. Esses subgrãos crescem rapidamente, consumindo a subestrutura em torno.

Para metais com baixa EFE, vários processos estáticos de amolecimento podem ocorrer, dependendo do nível de deformação recebido durante o trabalho a quente [38]. Para pré-deformações menores que aquelas requeridas para iniciar a recristalização dinâmica descontínua, não há disponibilidade de energia armazenada suficiente para nuclear recristalização estática e assim, somente recuperação estática ocorre. Por isso, certa subestrutura de discordância é retida e amolecimento total não é obtido. À determinada pré-deformação, exatamente acima daquela na qual a recristalização dinâmica descontínua se inicia, a recuperação estática é seguida de

recristalização estática, o que envolve processos nucleação e crescimento de grão. Nesse caso, uma microestrutura totalmente recozida e amolecida é obtida. Para pré-deformações que excedem aquelas na qual a recristalização dinâmica descontínua foi iniciada durante o trabalho a quente, núcleos de recristalização dinâmica descontínua residuais sofrem um crescimento muito rápido sem um período de nucleação em um processo conhecido como pós-recristalização ou recristalização meta-dinâmica. Esta é seguida por recuperação estática e recristalização estática. Regiões parcialmente deformadas também podem passar por recuperação meta-dinâmica, reduzindo a energia armazenada necessária para a nucleação da recristalização estática e então a habilidade para obter uma condição completamente amolecida.

Em subsequência à recuperação estática e à recristalização estática, crescimento de grão também ocorre com frequência [31]. Como na recuperação e recristalização, a força motriz para o crescimento de grão é a redução na energia armazenada. Para o crescimento de grão, a energia armazenada está sob a forma de energia de contorno de grão.

O crescimento de grão pode produzir tamanhos de grão bastante grandes (e texturas cristalográficas fortes) particularmente em metais monofásicos termicamente tratados em altas temperaturas. Em ligas que contêm precipitados, deve ser atingido um tamanho de grão de equilíbrio devido ao ancoramento ou barreira ao movimento dos contornos de grão através dos precipitados [39].

2.4 EFEITO DOS ELEMENTOS DE LIGA NOS AÇOS IF

Existe um grupo de elementos químicos que, em determinada composição química no aço, causarão efeitos macroscópicos desejáveis.

2.4.1 EFEITOS DO FÓSFORO

O fósforo é um elemento substitucional no ferro e causa endurecimento por solução sólida. O fósforo também pode interagir com outros solutos e formar precipitados tais como FeTiP além de auxiliar no refino do grão durante o

processamento. Ainda, é característico do fósforo segregar para os contornos de grão, tanto puro quanto sob a forma de precipitado, aumentando a dureza local dessas regiões [40,41].

2.4.1.1 PRECIPITADOS FeTiP

Os precipitados FeTiP produzem efeitos tanto benéficos quanto deletérios ao aço IF, especialmente em relação à textura e, conseqüentemente, à estampabilidade.

Por um lado, a formação de precipitados de FeTiP durante o recozimento antes do início da recristalização da ferrita, devido à exposição prolongada a temperaturas entre 700 e 800°C faz com que o crescimento desejável de grãos orientados segundo a textura $\{111\}_{uvw}$ seja retardado. Isso faz do recozimento em ciclos um método melhor para a precipitação de FeTiP em relação ao recozimento contínuo.

Por outro lado, a formação de FeTiP consome titânio do aço IF, deixando solutos de carbono na matriz ferrítica, o que degrada a textura de recristalização $\{111\}_{uvw}$, prejudicando a estampabilidade dos aços IF. Ainda, por também consumir fósforo para a sua formação, reduz assim a quantidade desse elemento em solução sólida e provoca perda no endurecimento dos aços IF [42].

Ainda, no caso de aços IF ricos em titânio e fósforo, precipitados grosseiros de FeTiP formados durante a laminação a quente induzem a formação de sítios de nucleação de grãos orientados segundo a textura $\{111\}_{uvw}$ e por isso são benéficos para os tratamentos mecânicos e térmicos seguintes.

O precipitado FeNbP pode estar presente em aços IF com fósforo e estabilizados ao nióbio e tem efeitos similares ao FeTiP [28].

2.4.1.2 EFEITO DE ELEMENTOS DE LIGA NA SEGREGAÇÃO DE FÓSFORO PARA OS CONTORNOS DE GRÃO

O fósforo têm uma forte tendência a segregar para os contornos de grão da ferrita, afetando a dureza local no contorno e causando o fenômeno conhecido por

fragilização a frio, o qual, por sua vez, provoca fratura frágil intergranular durante a estampagem [43-47].

Alguns elementos de liga influenciam na segregação de fósforo. Carbono, boro e nióbio competem com o fósforo pelos sítios dos contornos de grão devido a interação repulsiva entre esses átomos. Logo, a segregação de fósforo pode ser mitigada pela presença desses elementos no aço IF. O nióbio, no entanto, por ser forte formador de carbeto e ter grande afinidade com o fósforo, assim como o titânio, pode retirar carbono da matriz tendo o efeito de aumentar a segregação de fósforo para os contornos por falta de elementos competidores segregantes. Porém, se nióbio e titânio estão em alta quantidade eles podem reduzir a atividade do fósforo na matriz, aumentando sua solubilidade e reduzindo sua segregação.

A segregação do fósforo para o contorno de grão da ferrita, pode ocorrer durante o bobinamento na laminação a quente [48] ou durante o recozimento [49].

2.4.2 EFEITOS DO TITÂNIO

O principal objetivo da adição do titânio aos aços IF é o de estabilizar átomos de carbono, nitrogênio e enxofre a fim de evitar o efeito de ancoragem de discordâncias que esses elementos causam durante a deformação [50,51]. Com esse intuito, titânio é adicionado geralmente em excesso para o alcance de propriedades mecânicas desejáveis.

Ainda, o titânio tem a propriedade de se juntar ao fósforo e formar o precipitado FeTiP, retirando o P do contorno de grão e mitigando a fragilização a frio.

Aços IF que contêm titânio são mais isotrópicos, por razões ainda não totalmente explicadas, e têm um melhor desempenho durante a conformação. Esses aços produzem texturas fortes [52-57] e também têm a propriedade de reduzir a chamada “formação de orelhas” e conseqüentemente o descarte do material é diminuído [58].

Variáveis do processamento termomecânico como as temperaturas de rea aquecimento e de bobinamento também são afetadas pela adição de titânio.

Baixas temperaturas de reaquecimento no processamento termomecânico auxiliam o carbono a ser estabilizado como precipitados $Ti_4C_2S_2$, o que pode gerar fortes texturas e, portanto, boa estampabilidade no laminado a frio e no recozido [59,60]. Temperaturas baixas de reaquecimento também evitam que os precipitados de TiC entrem em solução, levando à dispersão de precipitados grosseiros na laminação a quente. A presença desses precipitados grosseiros e espaçados permite o rápido crescimento de novos grãos, com isso ajudando a formar texturas fortes {111} [27].

Em geral maiores temperaturas de bobinamento promovem um aumento da ductilidade e queda da resistência dos aços estabilizados ao titânio pois afetam o tamanho de grão, a distribuição e a morfologia dos precipitados [61,62].

2.4.3 EFEITOS DO NIÓBIO

Os efeitos do nióbio mais importantes para o escopo desse trabalho são na textura e na resistência, apesar de que também pode influenciar no revestimento por galvanização de aços IF .

2.4.3.1 INFLUÊNCIA NA TEXTURA

Precipitados Nb(CN) adequadamente dispersos no material podem levar a texturas {111}<uvw> em forma de agulhas após recozimento [63,64].

Solutos que retardam a recristalização da austenita durante a laminação a quente têm grande efeito na textura – além de contribuírem para um aumento da resistência seja por solução sólida ou por precipitação – de grãos menores. Adições de nióbio produzem fortes texturas nos aços IF com ou sem titânio como estabilizador. [65-67].

Resultados de estudos sobre a influência de manganês nos aços IF [68] mostram que a presença de nióbio favorece a formação de texturas características, e que isso ocorre independentemente do teor de manganês no aço.

Variáveis do processamento termomecânico como o reaquecimento da placa, temperatura de acabamento, temperatura de bobinamento, quantidade de deformação na laminação a quente e a frio e a temperatura de recozimento também afetam a formação da textura e as propriedades mecânicas finais [69-73].

A temperatura de reaquecimento das placas controla a dissolução de precipitados e, portanto, o tamanho de grão da austenita. Baixas temperaturas de reaquecimento influenciam os precipitados NbC da mesma maneira que TiC: evitam que entrem em solução sólida, promovendo a dispersão de precipitados grosseiros na laminação a quente, o que leva a um rápido crescimento de novos grãos, ajudando a formar texturas fortes {111}. No entanto, o efeito da temperatura de reaquecimento das placas é mais pronunciado nos aços estabilizados ao titânio do que nos estabilizados ao titânio e nióbio [59,60].

Diminuir a temperatura de acabamento melhora em geral a estampabilidade, principalmente em aços IF estabilizados ao nióbio com baixa relação Nb/C [74-78].

Nos aços estabilizados ao nióbio e titânio/nióbio, aumentando-se a temperatura de bobinamento, eleva-se a estampabilidade e ductilidade [79,80].

Alguns pesquisadores [81,82] sugerem que a aplicação de grandes deformações nos grãos grosseiros da austenita (laminação a quente tradicional, por exemplo) permite a obtenção de uma textura favorável nos aços IF sendo a presença de núcleos dentro das bandas de deslizamento, que são geradas pela instabilidade plástica, o principal mecanismo responsável por fornecer condições para formação de texturas {111}<110>.

2.4.3.2 INFLUÊNCIA NA RESISTÊNCIA

O nióbio é um soluto que retarda a recristalização da austenita durante a laminação a quente, pois o átomo de nióbio impede o crescimento de grão devido ao seu tamanho e por isso o material apresentará grãos menores contribuindo assim para o aumento de resistência [83]. Garantindo o mesmo efeito de refino de grão, em solução sólida na austenita, o nióbio também retardará a transformação em ferrita. Ainda pode-se dizer que parte do aumento da resistência também é devido ao endurecimento por precipitação [22].

Em virtude do efeito retardador de recristalização, aços IF estabilizados por nióbio necessitam de maiores temperaturas de recozimento em relação ao estabilizado ao titânio, para que a completa recristalização após a laminação a frio seja atingida. Portanto, aços IF estabilizados por titânio e nióbio sempre exibem ductilidade mais baixa que aqueles estabilizados por titânio. Nesse caso, os aços IF estabilizados apenas por titânio são mais adequados para aplicações que envolvem o requerimento de ductilidade ligeiramente maior.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

Três tipos diferentes de aço IF foram recebidos da Companhia Siderúrgica do Atlântico da ThyssenKrupp CSA (TKS CSA) já cortados em blocos de aproximadamente 80 x 50 x 20 mm. Dentre eles estão: um aço IF que contém somente titânio, outro que contém titânio e nióbio, e o terceiro que contém nióbio e fósforo, com composições químicas aproximadas mostradas na Tabela 1. O material foi retirado da parte central da chapa lingotada para evitar contaminação de corridas anteriores. Todos os três tipos foram acalmados ao alumínio no refinamento. Foram reservadas amostras de cada um dos três tipos, nesse estado, para as análises que serão descritas nos itens a seguir.

Tabela 1 – Composição química (% em peso) dos aços IF produzidos pela TKS (TKS CSA) objeto do presente trabalho.

M3A33		M3A61		M3A71	
Al	0,0346	Al	0,0361	Al	0,0384
N	0,0025	N	0,0038	N	0,0037
S	0,0063	S	0,0093	S	0,0071
B	0,0001	B	0,0002	B	0,0009
Nb	0,0018	Nb	0,0160	Nb	0,0288
Mn	0,1250	Mn	0,1120	Mn	0,1750
Ti	0,0820	Ti	0,0700	Ti	0,0334
Si	0,0180	Si	0,0710	Si	0,0500
P	0,0099	P	0,0083	P	0,0298
Cu	0,0070	Cu	0,0070	Cu	0,0035
C	0,0021	C	0,0022	C	0,0022

3.2 PROCESSAMENTO

Para a laminação, foi requisitada a realização de 2 chanfros ao longo das partes superior e inferior de uma das extremidades, sem cotas necessárias, apenas com objetivo de fluir entre os rolos do laminador mais facilmente. Esses chanfros foram produzidos por fresa na oficina do Departamento de Metalurgia e Materiais.

Os blocos chanfrados foram então encaminhados para o Laboratório de Tratamentos Termomecânicos onde foram submetidos aos ciclos de aquecimento-laminação e ao tratamento térmico de recozimento.

O trabalho a quente foi dividido em dois estágios em função da temperatura de aquecimento.

No primeiro estágio, os blocos foram submetidos a três ciclos de aquecimento a 1200°C, laminação a quente e têmpera. No primeiro ciclo, os blocos foram aquecidos por 30 minutos seguido de um passe de 25% de deformação em laminação. No segundo ciclo e no terceiro ciclo, o tempo de aquecimento foi de 25 e 20 minutos, respectivamente, com deformações de 18% em ambos.

No segundo estágio, foram aplicados dois ciclos de aquecimento a 940°C, laminação e têmpera com 35% de deformação. Aqui, os tempos de rea aquecimento foram de 25 e 10 minutos, respectivamente para o primeiro ciclo e o segundo ciclo.

Terminado o ciclo de trabalho a quente, foram retiradas amostras de cada um dos aços e uma parte das chapas foi guardada para corte e confecção de corpos de prova de tração enquanto a outra parte se direcionou ao trabalho a frio.

A laminação a frio se deu em múltiplos passes de 5% de redução de espessura com o intuito de alcançar entre 70 e 80% de deformação consolidada.

Após a laminação a frio e antes do recozimento, as chapas, inclusive aquelas do trabalho a quente, foram cortadas no formato de retângulos de aproximadamente 10 x 100 mm, para a confecção de corpos de prova. Nesse momento também foram retiradas amostras do material laminado a frio para as análises posteriores, sendo que algumas destas amostras foram submetidas ao recozimento subsequente. Do mesmo modo, parte do material laminado a frio foi ressaltada para confecção de corpos de prova de tração e parte foi encaminhada ao recozimento. Logo, verifica-se que há

material laminado para ensaio de tração e amostras para análise metalográfica do material como recebido, após laminação a quente, após laminação a frio e pós-recozimento. Os cortes de amostras para análise metalográfica foram realizados no Laboratório de Metalografia, enquanto os cortes do material laminado a frio, que por apresentar uma razão de aspecto alta (comprimento bem maior que espessura e largura), puderam ser feitos na guilhotina manual do Departamento de Metalurgia e Materiais e, por fim, o material laminado a quente, por ser mais espesso, precisou ser cortado em uma guilhotina elétrica da oficina do Instituto de Física.

O último processamento sofrido pela peça foi o recozimento, o qual se deu durante 5 minutos a uma temperatura de 825°C com subsequente resfriamento ao ar. Visto que as amostras são muito menores que as bobinas laminadas, sua taxa de resfriamento é significativamente mais alta que aquela das bobinas. Como o resfriamento em forno seria muito lento, decidiu-se realizar o resfriamento ao ar, condição que seria mais próxima ao resfriamento obtido no processo industrial.

As temperaturas de laminação a quente e recozimento foram determinadas em função do processamento na planta da TKS.

Já os tempos de reaquecimento foram calculados a fim de se garantir o encharque das peças, ou seja, garantir que a peça inteira, inclusive o seu núcleo, estivesse na mesma temperatura determinada para o tratamento, levando em consideração o tempo que o forno leva para reestabilizar a temperatura, que é declinada no momento em que é aberto para a inserção do material em seu interior. O tempo de encharque é calculado em função da potência de 1600 W mantida do forno Carbolite CWF 1300 utilizado, pela fórmula de quantidade de calor ou calor sensível. Foi determinado um tempo de 207 segundos para o encharque do bloco mais grosso e, por isso, o tratamento térmico de recozimento foi conduzido durante cinco minutos, tempo suficiente para que as peças fossem encharcadas e ocorresse difusão atômica e movimentação de contornos de grão da ferrita.

A Figura 6 resume o processamento sofrido pelos aços no laboratório e a Tabela 2 mostra os valores obtidos de redução da seção transversal. Nota-se que houve uma ligeira diferenciação entre a redução estimada e a redução atingida em função da cedagem dos rolos.

Os tratamentos acima foram assim determinados de maneira que se possa reproduzir o mais fielmente possível, com os equipamentos disponíveis em laboratório, os tratamentos sofridos pelos mesmos aços em escala industrial.

As peças finais de cada operação, devidamente cortadas no formato retangular mencionado, foram encaminhadas para a usinagem e confecção de corpos de prova.

Processamento termomecânico realizado

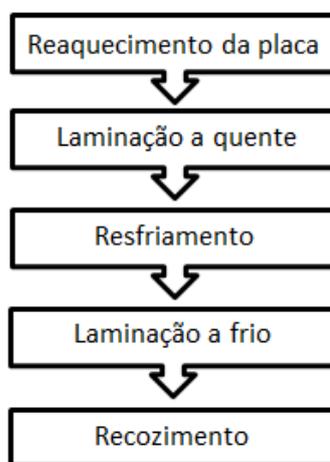


Figura 6 - Fluxograma do processamento termomecânico sofrido pelos três aços.

Tabela 2 – Resumo do processamento sofrido pelos três aços no laboratório com os valores obtidos de redução da seção transversal. Espessuras “t” em milímetros.

M3A33						
Processo	Estimativa			Prática		
	t_{antes}	ε	t_{depois}	t_{antes}	ε (%)	t_{depois}
Laminação 1200°C	24,20	25	18,15	24,20	9,09	22,00
	18,15	18	14,88	22,00	16,36	18,40
	14,88	18	12,20	18,40	23,48	14,08
Laminação 940°C	12,20	35	7,93	14,08	27,56	10,20
	7,93	35	5,16	10,20	34,31	6,70
Laminação a frio	5,156	80	1,031	6,700	81,49	1,24
M3A61						
Processo	Estimativa			Prática		
	t_{antes}	ε	t_{depois}	t_{antes}	ε (%)	t_{depois}
Laminação 1200°C	25,40	25	19,05	25,40	26,57	18,65
	19,05	18	15,62	18,65	18,50	15,20
	15,62	18	12,81	15,20	17,76	12,50
Laminação 940°C	12,81	35	8,33	12,50	31,20	8,60
	8,33	35	5,41	8,60	39,77	5,18
Laminação a frio	5,412	80	1,082	5,180	82,24	0,92
M3A71						
Processo	Estimativa			Prática		
	t_{antes}	ε	t_{depois}	t_{antes}	ε (%)	t_{depois}
Laminação 1200°C	25,00	25	18,75	25,00	27,00	18,25
	18,75	18	15,38	18,25	17,81	15,00
	15,38	18	12,61	15,00	17,33	12,40
Laminação 940°C	12,61	35	8,19	12,40	28,23	8,90
	8,19	35	5,33	8,90	31,46	6,10
Laminação a frio	5,327	80	1,065	6,100	78,85	1,29

3.3 TÉCNICAS DE ANÁLISE MICROESTRUTURAL E DE PROPRIEDADES MECÂNICAS

As técnicas de análise utilizadas nesse trabalho foram microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV) com espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS) e ensaio de tração uniaxial.

As amostras retidas antes e nas várias etapas do processamento termomecânico necessitam de uma preparação prévia para que a microestrutura pudesse ser avaliada nas análises microscópicas. A preparação foi tradicionalmente feita por uma sequência de lixamento com lixas d'água de granulometria na ordem crescente (220, 320, 400, 600 e 1200 mesh) seguido de polimento com pasta de diamante de granulometria 6, 3 e 1 μ m e ataque químico por imersão em uma mistura 50%-50% das soluções de Nital a 2% e Picral a 2% por aproximadamente 40 segundos.

No Laboratório de Microscopia Ótica foi utilizado um microscópio ótico Olympus BX 60M, com o intuito de avaliar a evolução microestrutural, incluindo medida do tamanho de grão dos três tipos de aços IF após o recozimento pelo método de contagem de interceptos cruces e círculos (*cross and circles*).

No Laboratório de Microscopia Eletrônica, as análises foram conduzidas utilizando um microscópio de varredura eletrônica JEOL JSM-6460LV e através do software NORAN System Six Model 200, que faz a análise química por espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS). O objetivo foi identificar a presença de precipitados e caracterizá-los quimicamente, identificando o elemento estabilizador.

A fim de simular condições de estoque da indústria, o ensaio de tração uniaxial foi realizado após aproximadamente trinta dias do tratamento de recozimento em uma máquina de ensaios mecânicos EMIC do Laboratório de Propriedades Mecânicas. O teste foi conduzido a temperatura ambiente e de acordo com a norma ASTM E8/E8M-11 (taxa de deformação de 10^{-3} s^{-1} e dimensões do corpo de prova mostradas na Figura 7) e o resultado será apresentado na forma de gráficos comparativos em função dos resultados obtidos das curvas tensão-deformação.

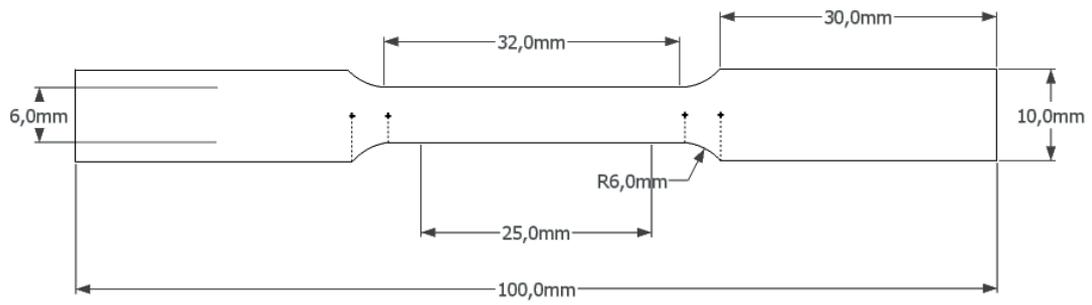


Figura 7 - Dimensões do corpo de prova. Adaptada da Norma ASTM E8/E8M-11.

4 RESULTADOS

4.1 MICROSCOPIA ÓTICA

As imagens da microestrutura obtidas por microscopia ótica dos aços como recebidos, após a laminação a quente, após a laminação a frio e após o tratamento de recozimento estão apresentadas da Figura 8 à Figura 10, da Figura 11 à Figura 13, da Figura 14 à Figura 16 e da Figura 17 à Figura 19, respectivamente.

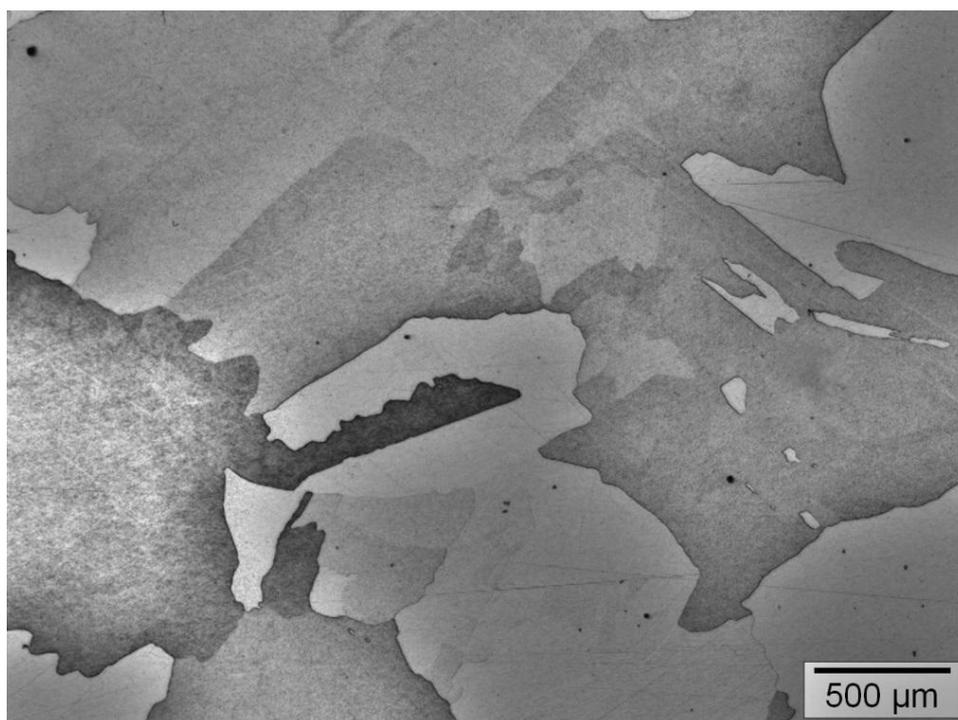


Figura 8 - M3A33 como recebido (lingotado).

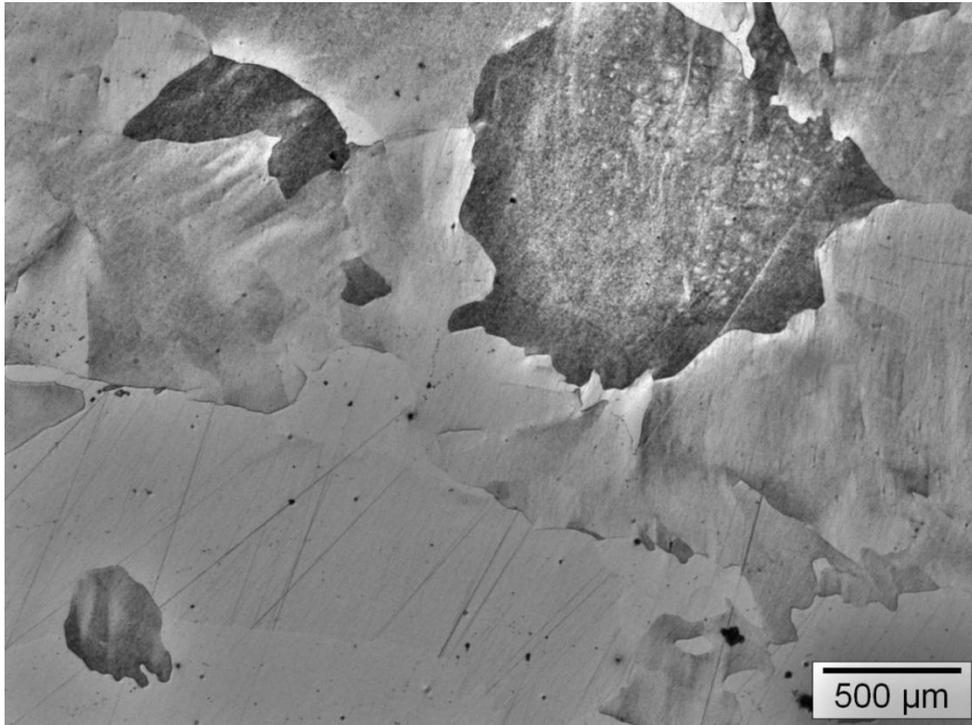


Figura 9 - M3A61 como recebido (lingotado).

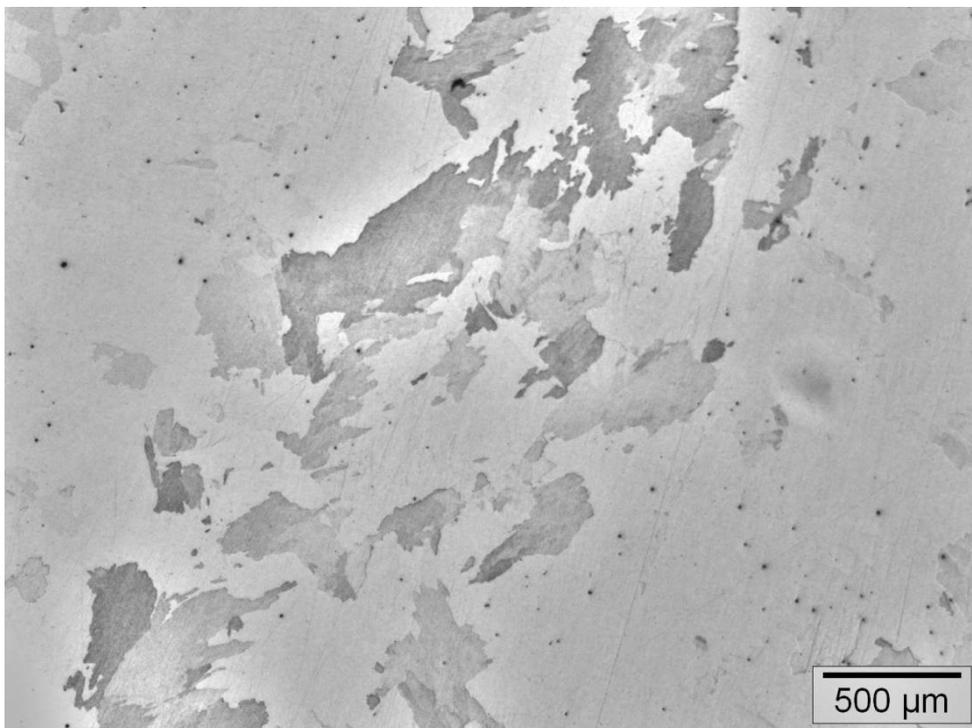


Figura 10 - M3A71 como recebido (lingotado).

Após a laminação a quente, verifica-se que nos três casos houve quebra da estrutura bruta de solidificação e refino dos grãos. No aço M3A61 houve, aparentemente, recristalização dinâmica da microestrutura, dado o aspecto equiaxial dos grãos (Figura 12). Entretanto, os aços M3A33 e M3A71 mostraram grãos alongados na direção de laminação, indicando um processo incompleto de recristalização após o último passe (Figura 11 e Figura 13, respectivamente). Para os três aços, uma dispersão mais fina de precipitados foi observada.

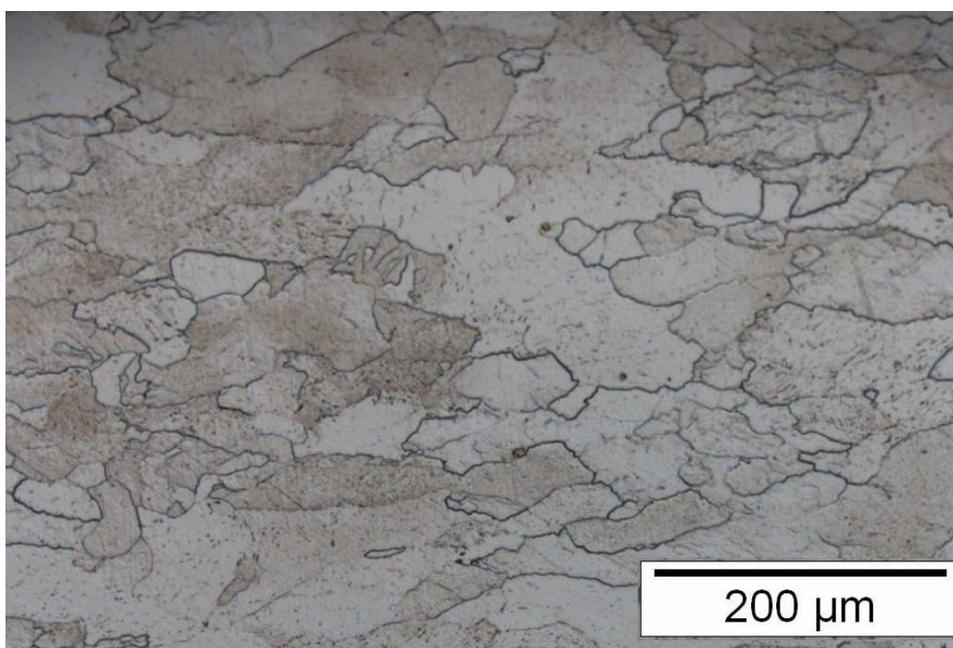


Figura 11 - M3A33 após laminação a quente.

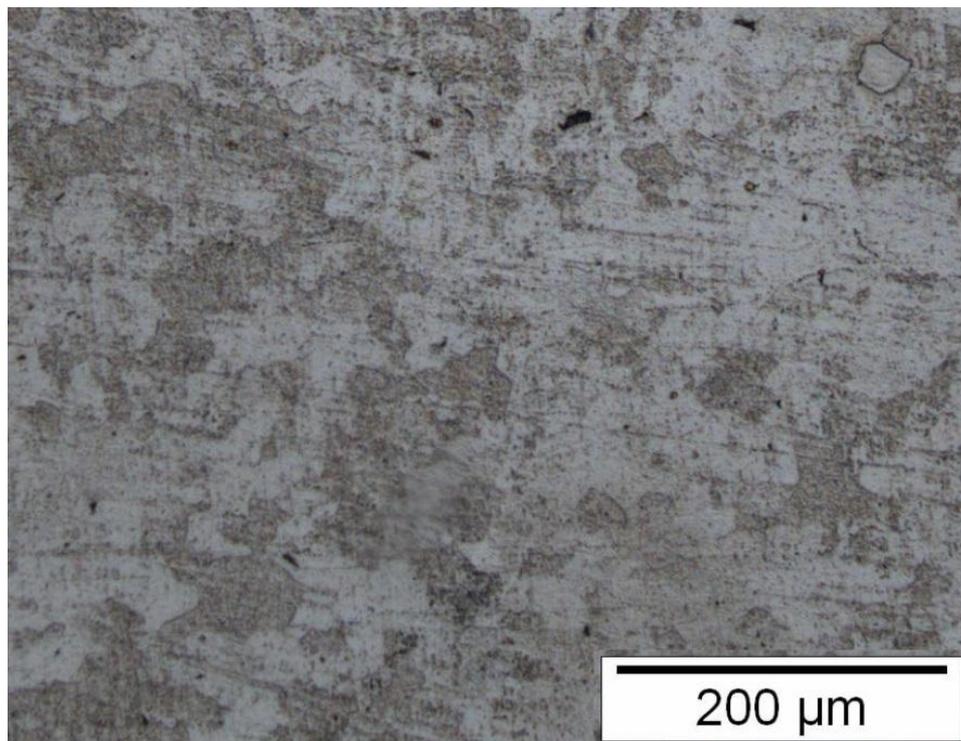


Figura 12 - M3A61 após laminação a quente.

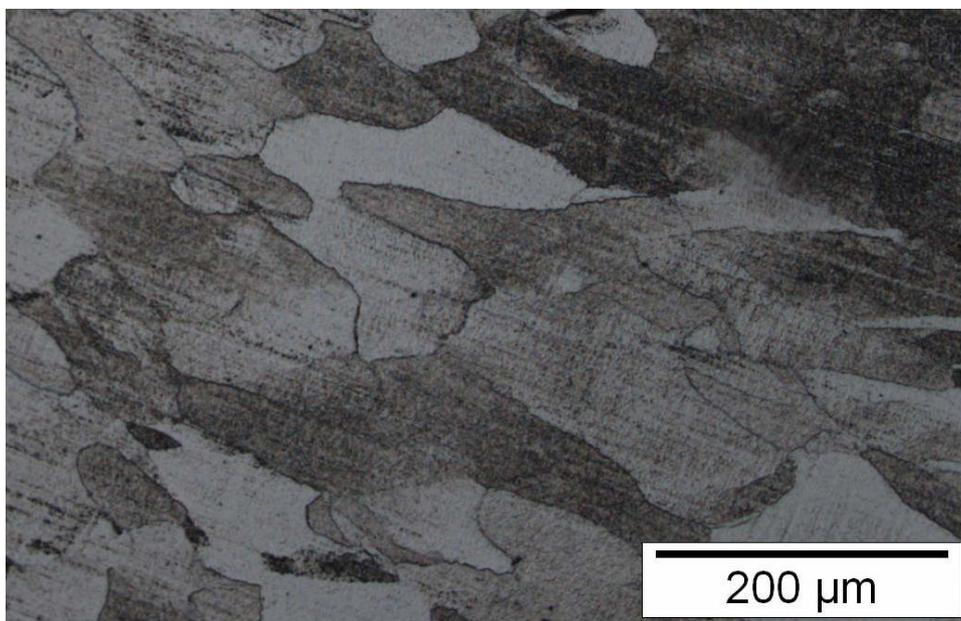


Figura 13 - M3A71 após laminação a quente.

No material deformado a frio é observado que não houve nenhum fenômeno de restauração, mas apenas alongamento dos grãos na direção de laminação e uma microestrutura fortemente encruada, como o esperado para uma laminação a temperatura ambiente (Figura 14, Figura 15 e Figura 16).

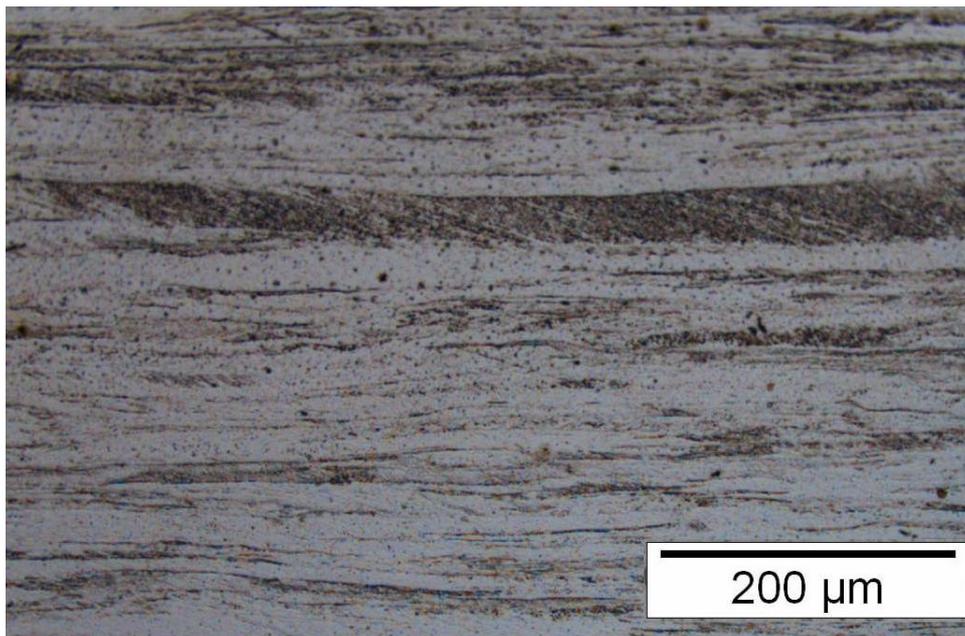


Figura 14 - M3A33 após laminação a frio.

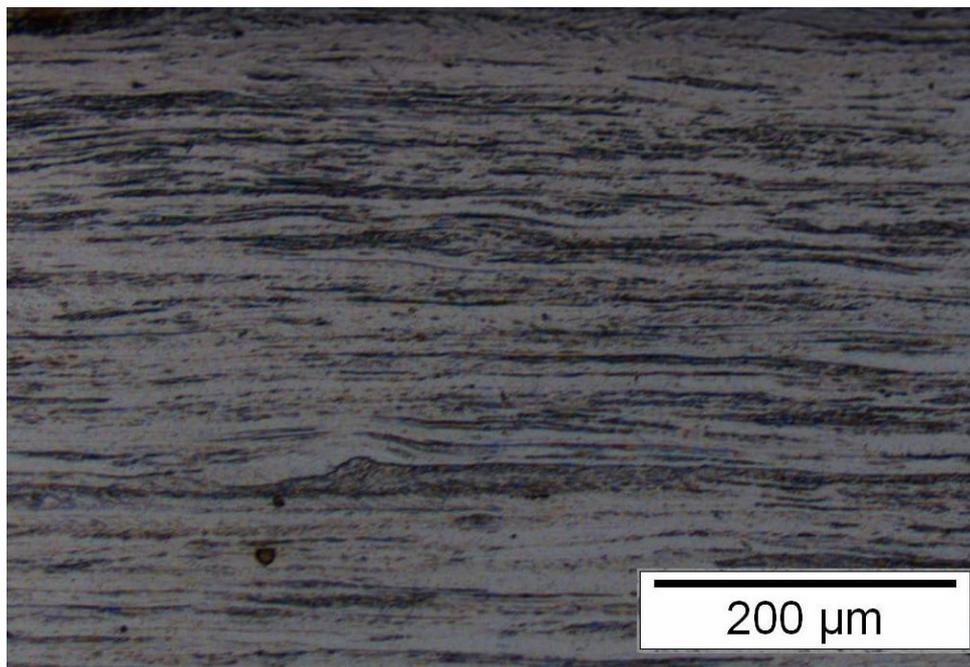


Figura 15 - M3A61 após laminação a frio.

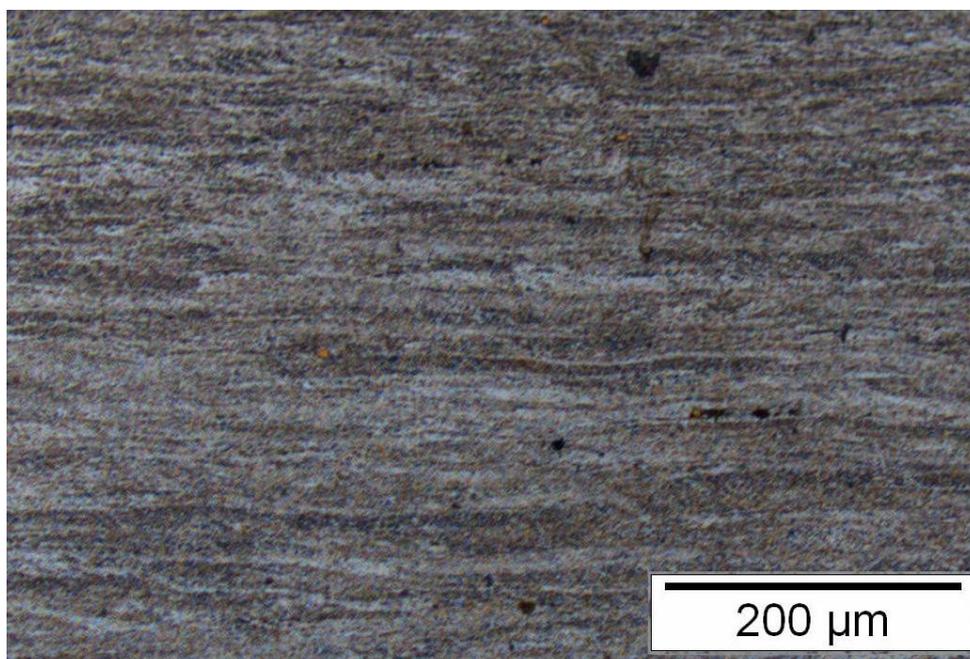


Figura 16 - M3A71 após laminação a frio.

Pelas imagens dos aços recozidos pode-se notar que as estruturas dos três aços foram totalmente recristalizadas. Um material totalmente livre de deformação é formado. Observa-se que no aço M3A71 (Figura 19) a microestrutura foi mais refinada, com grãos menores que nos aços M3A33 e M3A61 (Figura 17 e Figura 19, respectivamente). Não foram observados, por microscopia ótica, precipitados para os três aços nas amostras analisadas. Com isso, as amostras foram levadas ao MEV para melhor visualização e identificação de potenciais partículas observadas.

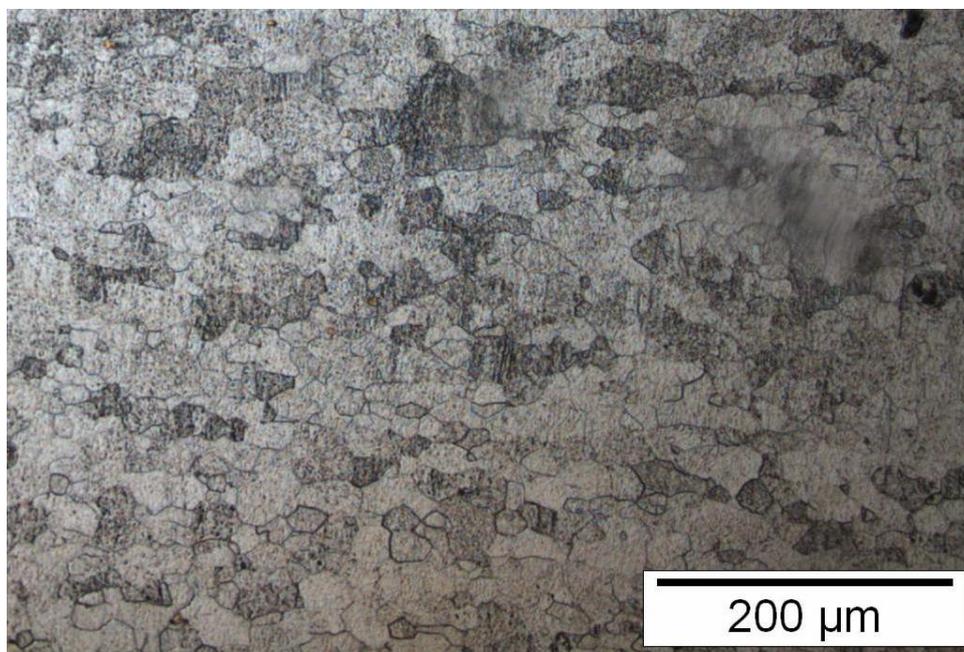


Figura 17 - M3A33 após recozimento.

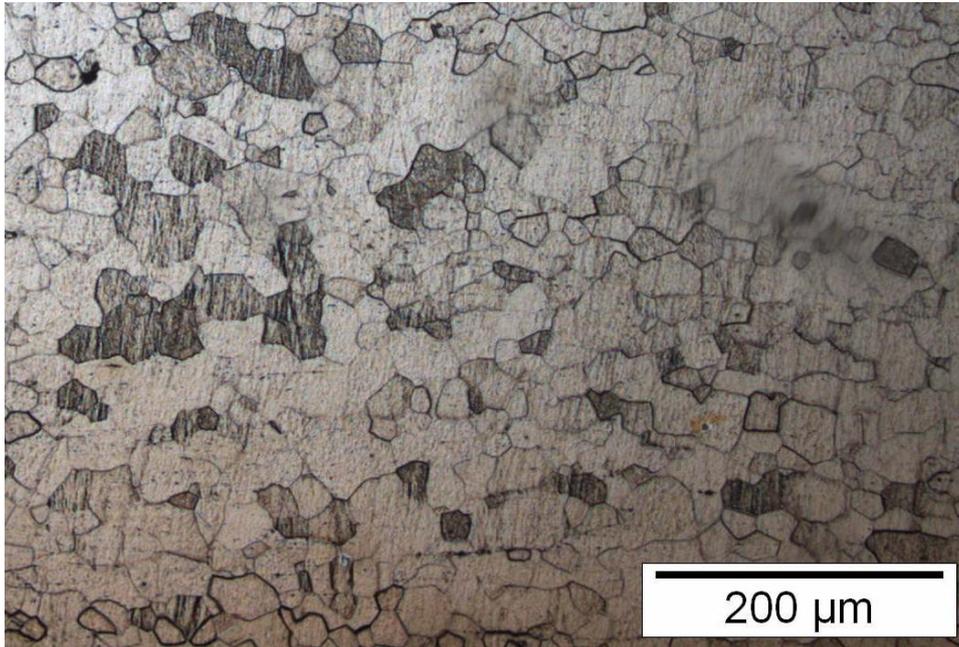


Figura 18 - M3A61 após recozimento.

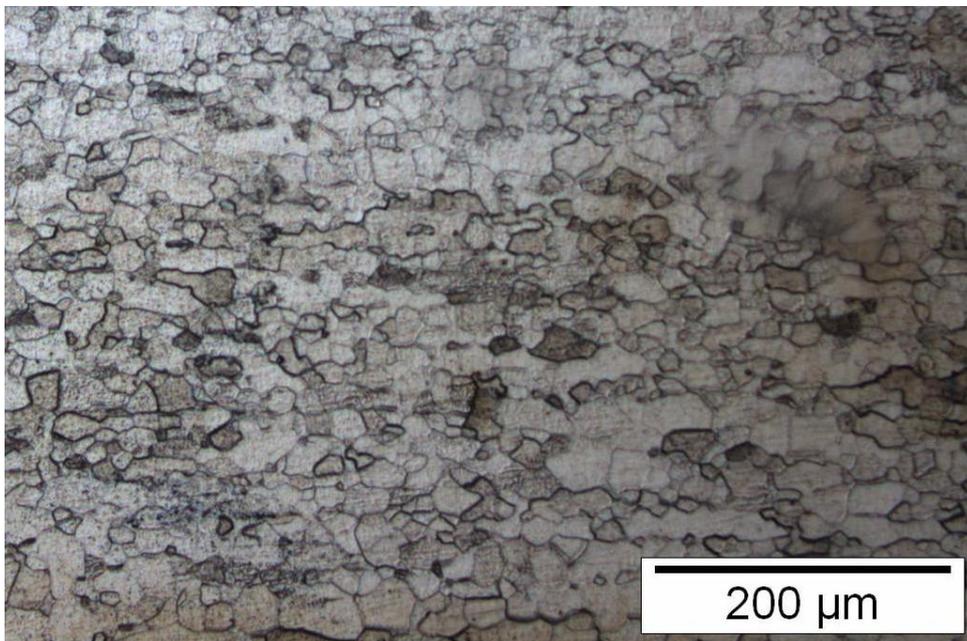


Figura 19 - M3A71 após recozimento.

A Tabela 3 apresenta as medidas de tamanho de grão, que corroboraram as observações por microscopia ótica. O aço M3A71 apresentou, em média, grãos menores que os aços M3A33 e M3A61. A amostra com os maiores grãos foi a M3A61.

Tabela 3 – Tamanho de grão obtido para cada um dos tipos de aço após o recozimento.

Amostra	Média (μm)	Desvio padrão (μm)
M3A33	17,98	1,61
M3A61	22,66	1,17
M3A71	13,46	0,92

Precipitados, de acordo com Humphreys [31], podem também ter auxiliado na estimulação da nucleação de novos grãos em regiões de maiores deformações locais adjacentes a esses precipitados, onde células de discordância servem como núcleos para a recristalização e crescem consumindo a subestrutura em volta dele. Estes precipitados também podem ter servido como barreira ao movimento dos contornos de grão, evitando que um excesso no crescimento de grão.

4.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA E EDS

As imagens de MEV dos aços após a laminação a quente (Figura 20 à Figura 22), após a laminação a frio (Figura 23 à Figura 25) e após o tratamento de recozimento (Figura 26 à Figura 28) mostram a presença de precipitados finos distribuídos pela matriz dos três aços, em todas as condições de processamento termomecânico.

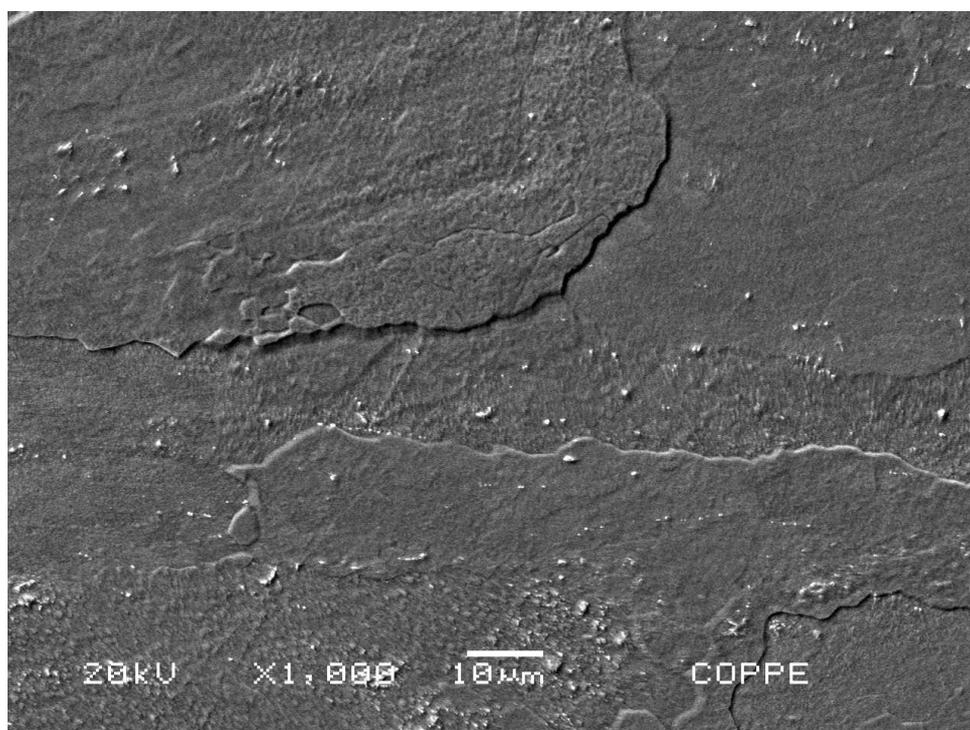


Figura 20 - M3A33 após laminação a quente.

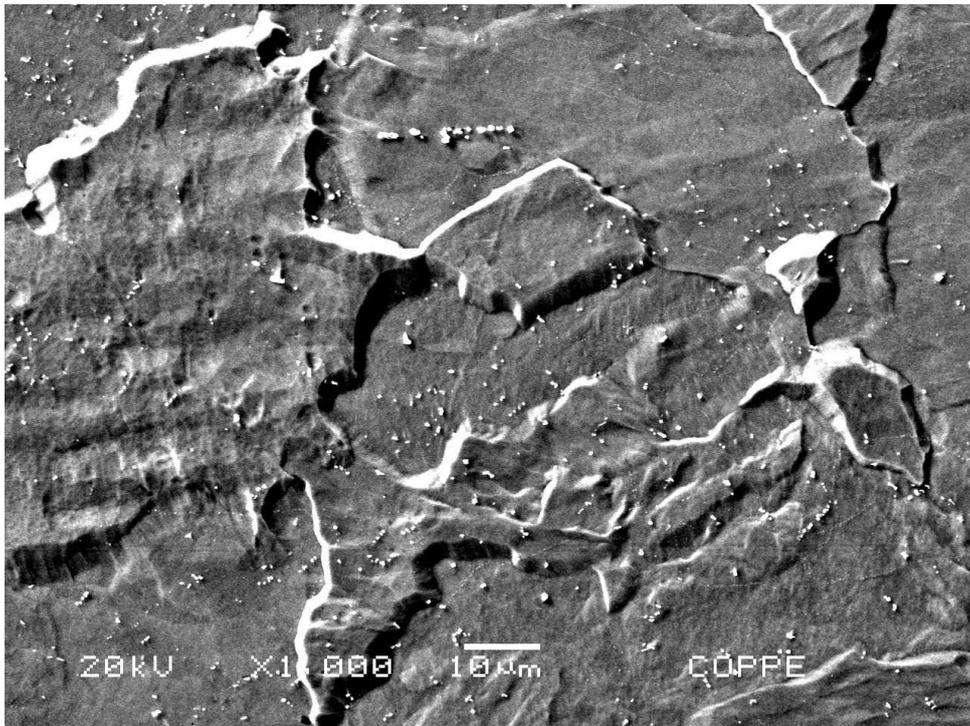


Figura 21 - M3A61 após laminação a quente.

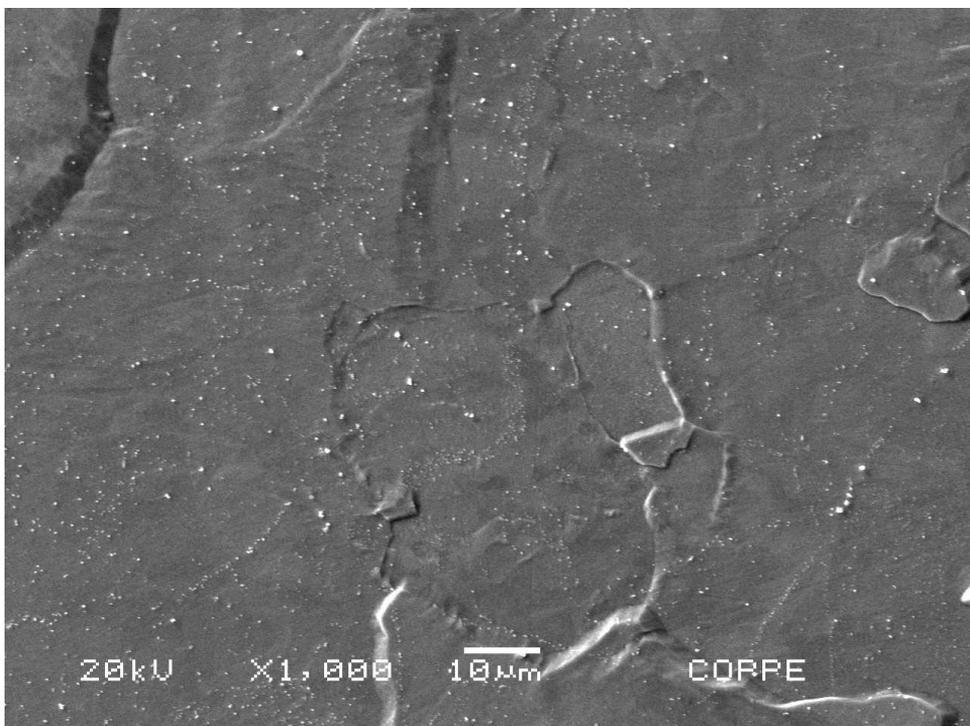


Figura 22 - M3A71 após laminação a quente.

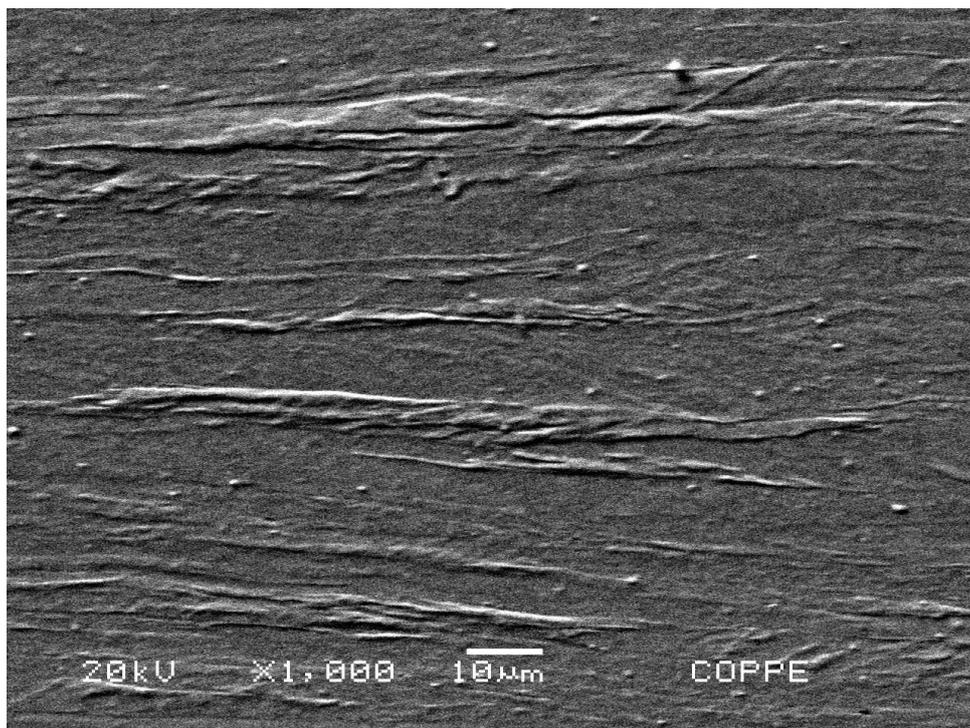


Figura 23 - M3A33 após laminação a frio.

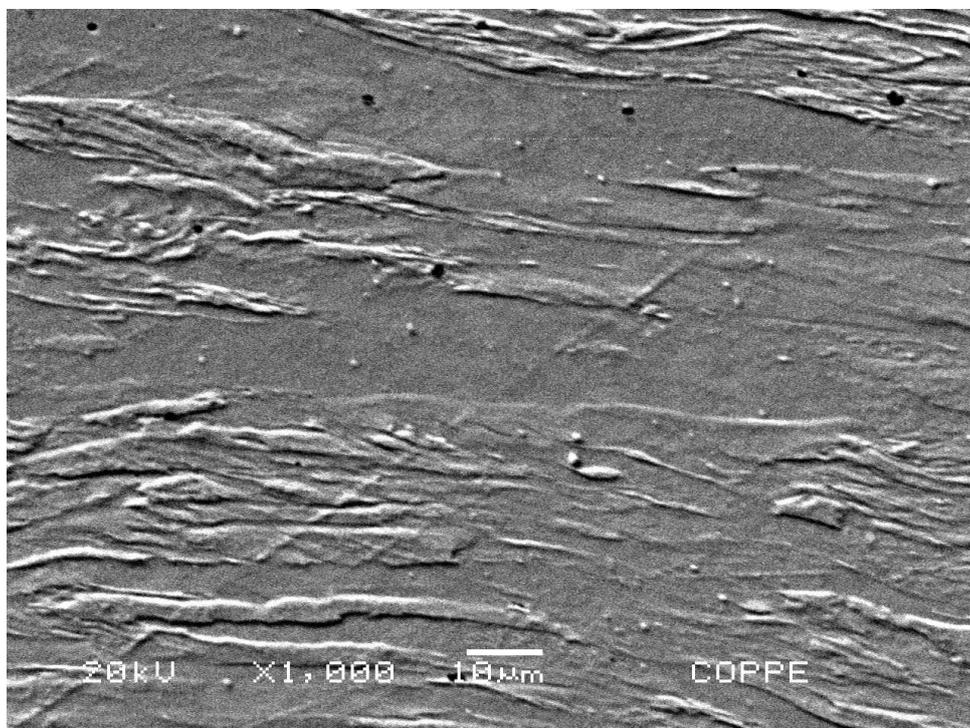


Figura 24 - M3A61 após laminação a frio.

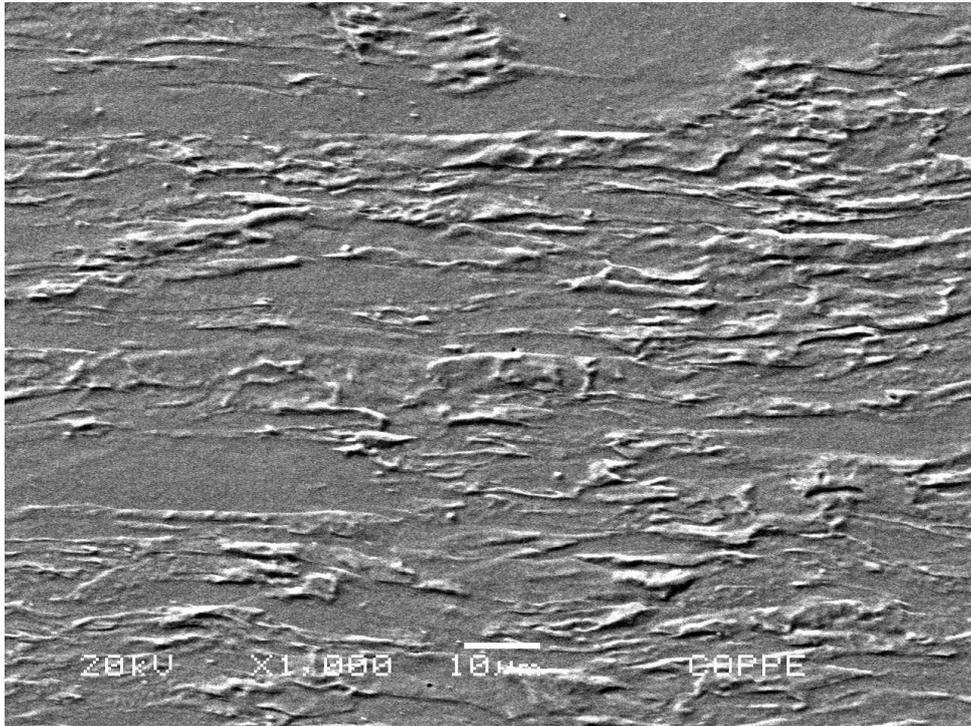


Figura 25 - M3A71 após laminação a frio.

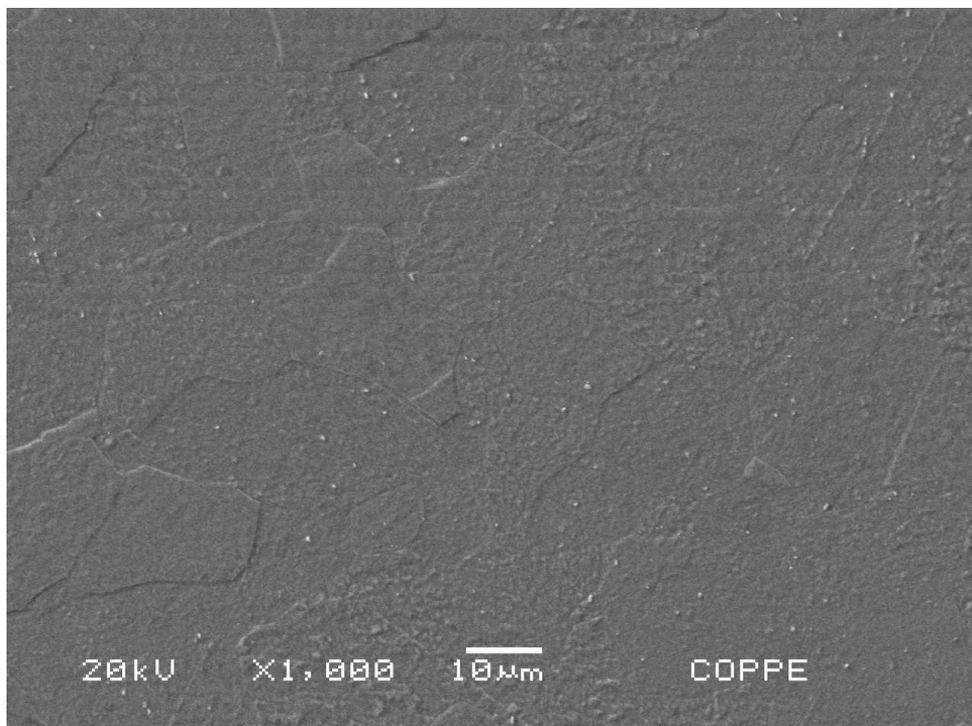


Figura 26 - M3A33 após recozimento.

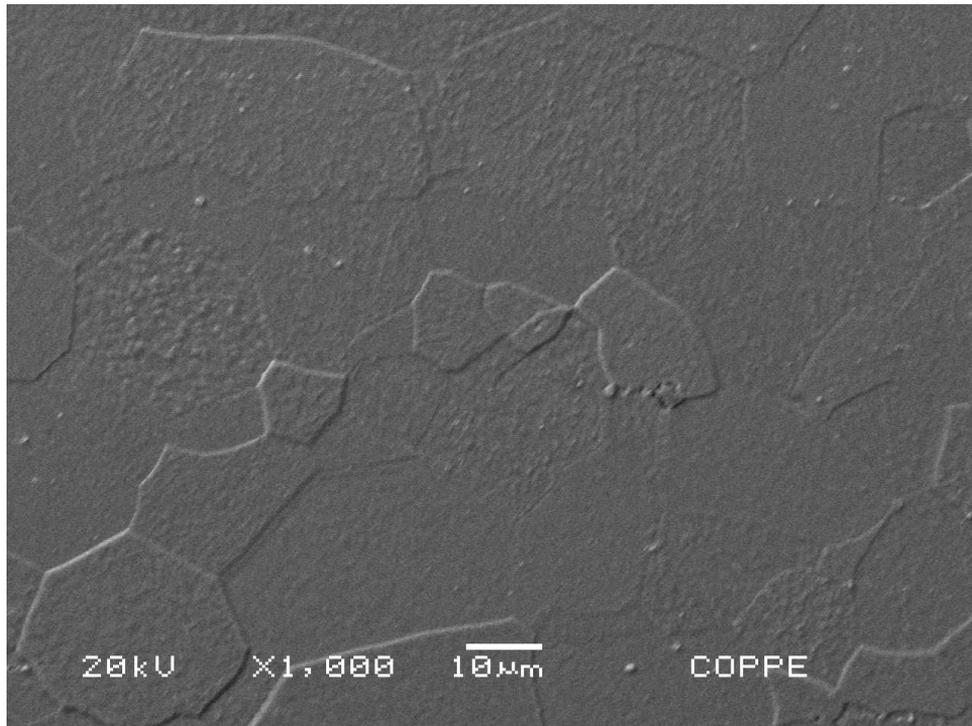


Figura 27 - M3A61 após recozimento.

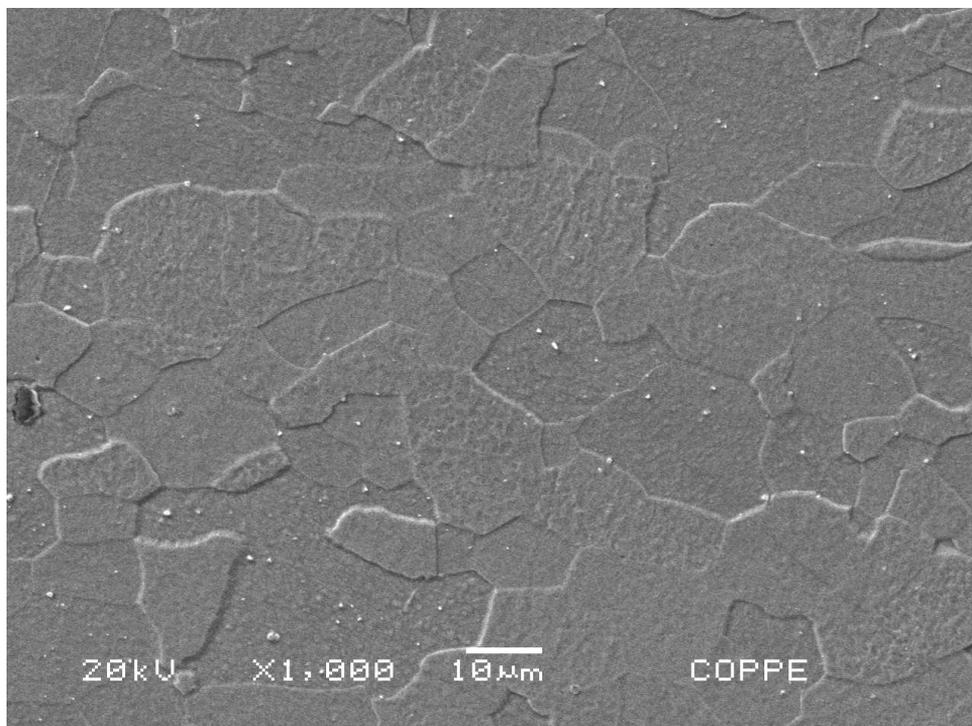


Figura 28 - M3A71 após recozimento.

Nas análises por EDS, titânio foi observado em todos os aços após o recozimento (Figura 29, Figura 30 e Figura 31). A análise por EDS teve pouca resolução para capturar nióbio e fósforo, uma vez que não foram observados picos de nióbio ou fósforo nas espectrografias.

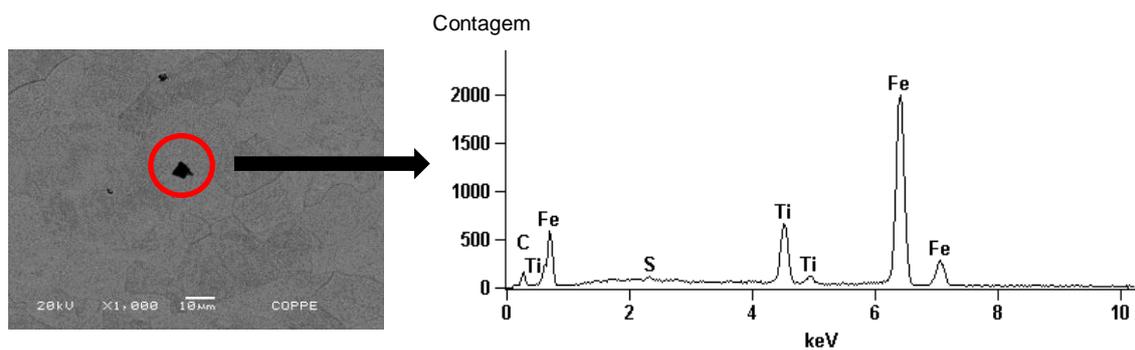


Figura 29 - EDS do aço M3A33 após recozimento.

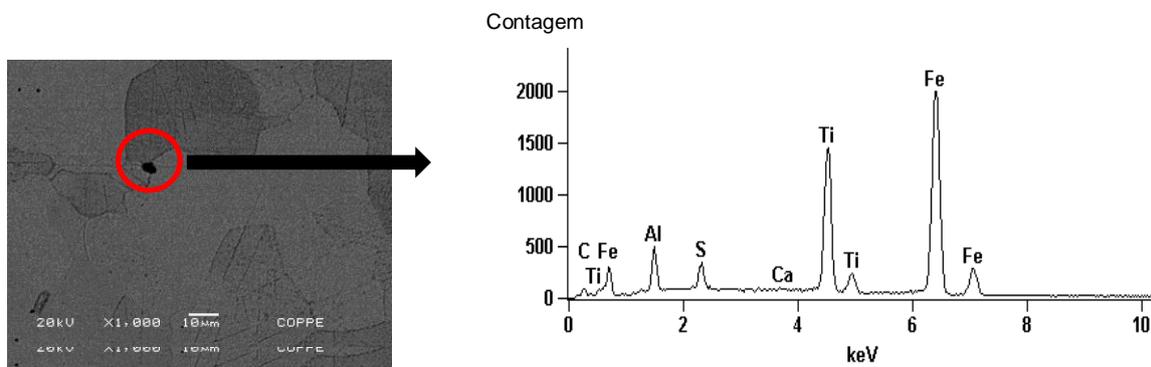


Figura 30 - EDS do aço M3A61 após recozimento.

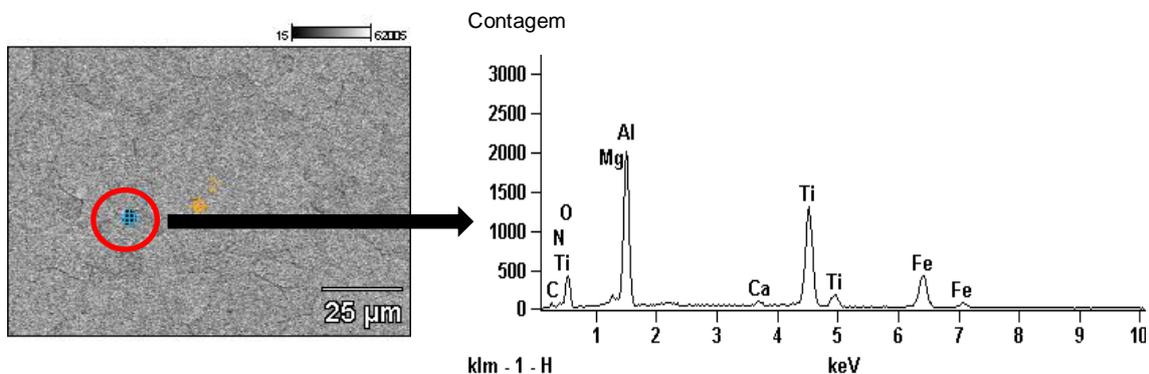


Figura 31 - EDS do aço M3A71 após recozimento.

4.3 ENSAIO DE TRAÇÃO

Os ensaios de tração uniaxial mostraram, após a laminação a frio, um material bem mais resistente e muito encruado, o que resulta na elevação e proximidade dos limites de escoamento e resistência (entre 500 e 600MPa; razão LRT/LE tendendo à unidade vista na Tabela 4) e queda na ductilidade. Já nas amostras laminadas a quente, as propriedades de resistência foram semelhantes ao aço recozido.

Com o recozimento, o encruamento é removido e o material recupera sua ductilidade. Nota-se que os valores de resistência após o recozimento são ainda menores que na condição de laminado a quente. Isso sugere que o processo de laminação a quente não promoveu completa recristalização dinâmica, hipótese essa confirmada pelos grãos alongados observados por microscopia ótica.

Ao se observar o limite de resistência à tração, não se nota diferença marcante entre as condições laminada a quente e recozida. Os limites de resistência à tração após o recozimento e após o trabalho a quente foram próximos e aproximadamente 300MPa. Já em relação ao limite de escoamento, os aços M3A33 e M3A61 apresentaram as maiores diferenças entre esses valores de resistência enquanto o aço M3A71, após o recozimento, permaneceu no mesmo patamar obtido com a laminação a quente, verificado pela razão LRT/LE entre a laminação a quente e o

recozimento (Tabela 4). Apenas houve um significativo aumento desses limites, de aproximadamente duas vezes, pelo encruamento (Figura 32 e Figura 33).

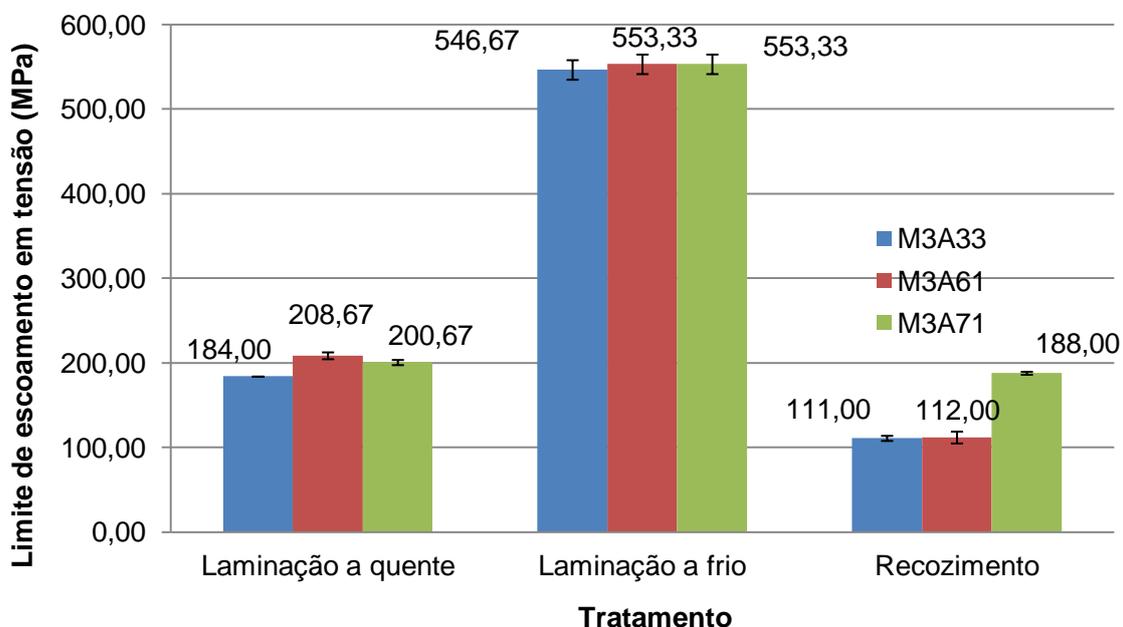


Figura 32 – Evolução da tensão limite de escoamento em função do tratamento e do aço.

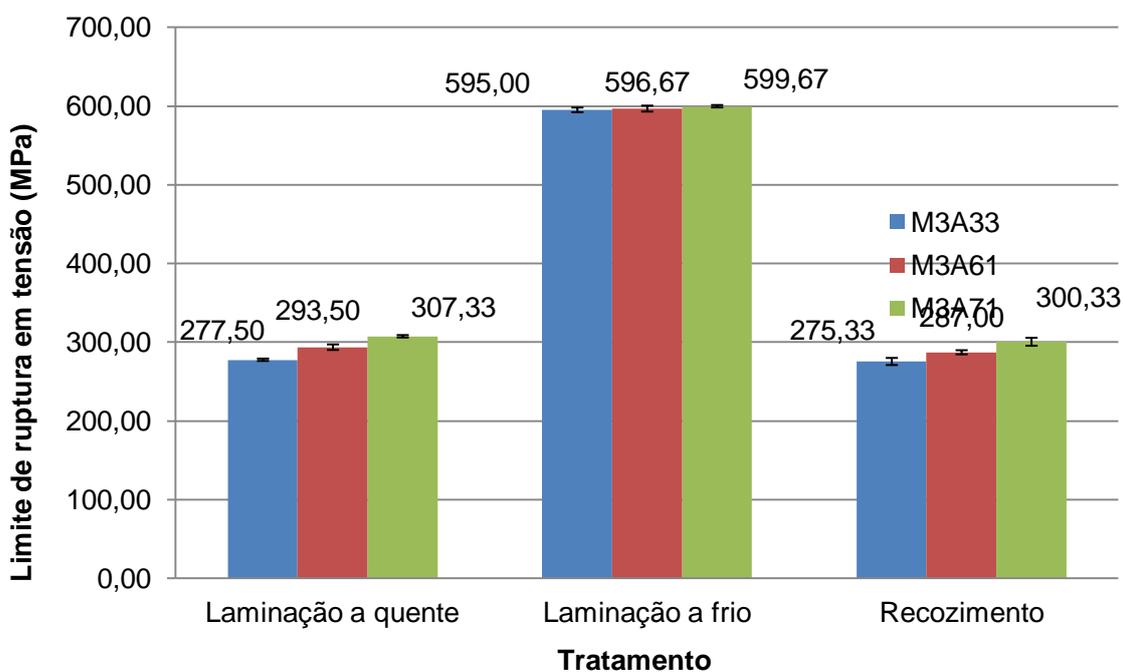


Figura 33 – Evolução da tensão limite de ruptura à tração em função do tratamento e do aço.

Tabela 4 – Razão LRT/LE para cada aço em função do tratamento a que foram submetidos.

	Razão LRT/LE		
	Laminação a quente	Laminação a frio	Recozimento
M3A33	1,51	1,09	2,48
M3A61	1,41	1,08	2,56
M3A71	1,53	1,08	1,60

Na ductilidade, observa-se que não houve diferença marcante entre os estágios de laminação a quente e recozimento. Somente uma marcante perda de alongamento no estágio de laminação a frio foi observada (Figura 34).

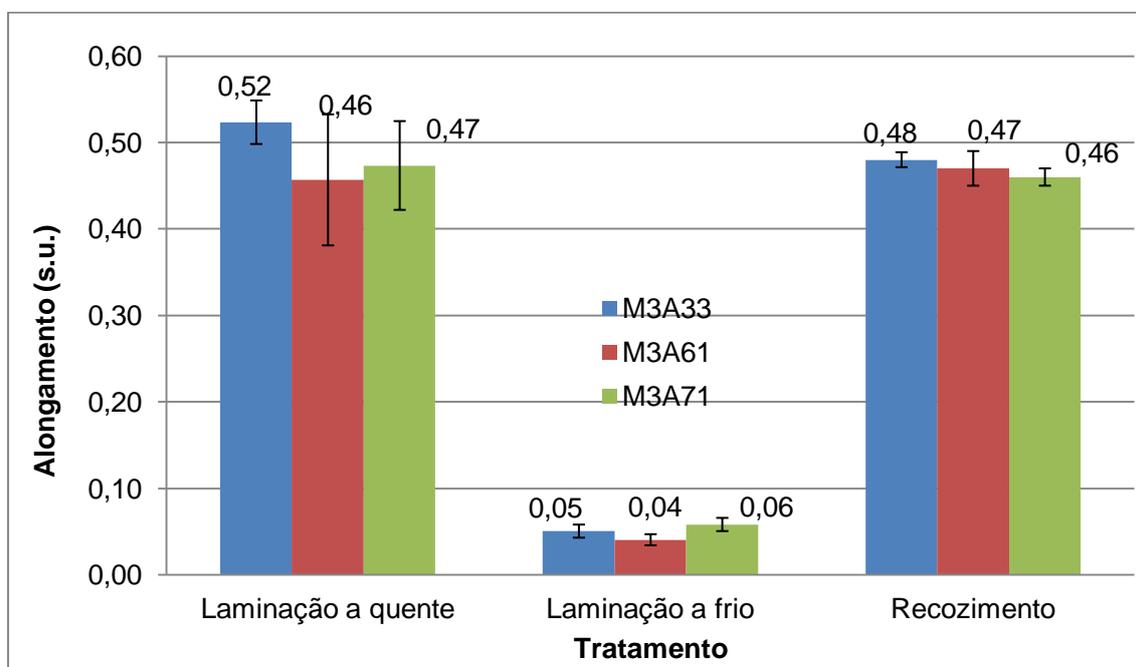


Figura 34 – Evolução do alongamento em função do tratamento e do aço.

No caso do aço M3A71, após recozimento, ocorreu marcadamente o fenômeno conhecido como limite de escoamento descontínuo (Figura 37) para todos os corpos de prova ensaiados, indicando que há intersticiais em solução sólida, que por sua vez indica que não ocorreu um efetivo aprisionamento de carbono e nitrogênio na forma de precipitados. Para os outros dois aços tal efeito não foi observado.

Ao mesmo tempo, os aços que se mostraram relativamente mais resistentes apresentaram alongações ligeiramente menores que o aço M3A33, verificando a expectativa do detrimento de propriedades de resistência mecânica em função de

maior alongamento. Levando em consideração não só que esse aço continha maiores percentuais de titânio mas também o índice de precipitados a base de titânio constatado por EDS, isso pode ser explicado pelo fato de que, segundo Hook e Tsuyonama et al. [59, 60], baixas temperaturas de reaquecimento ajudam o carbono ser estabilizado sob a forma desses precipitados e geram fortes texturas e, portanto, deformação suficiente para que a estampabilidade seja superior. Curvas representativas entre os três aços para cada tratamento podem ser vistas abaixo (Figura 35, Figura 36 e Figura 37).

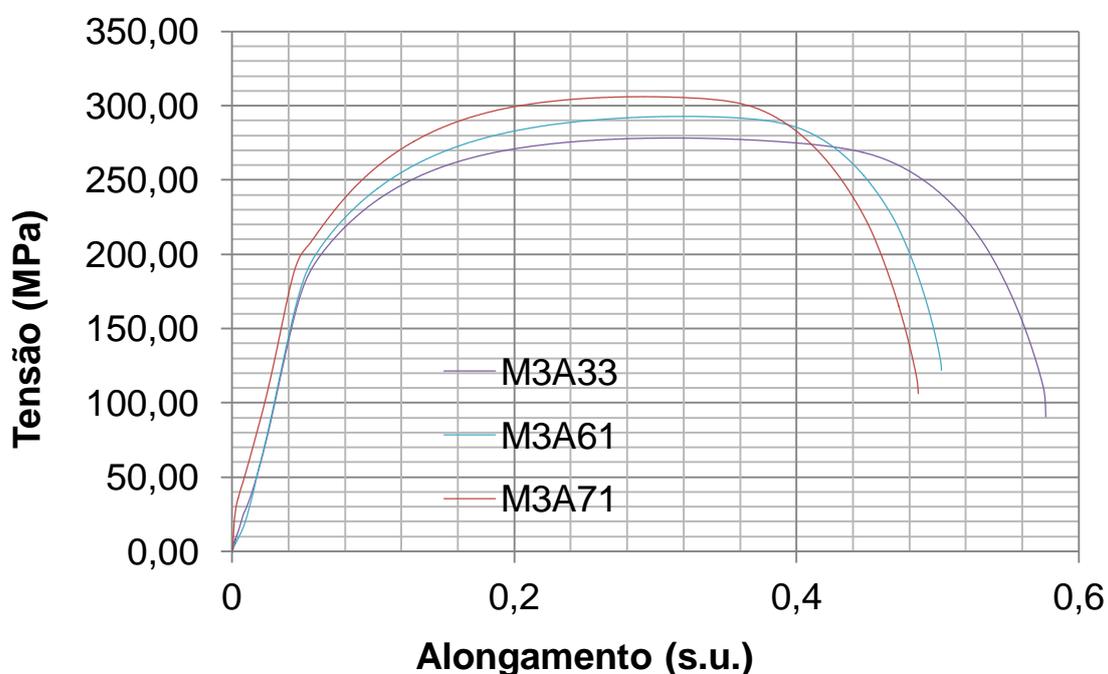


Figura 35 – Curvas representativas entre os três aços para a laminação a quente.

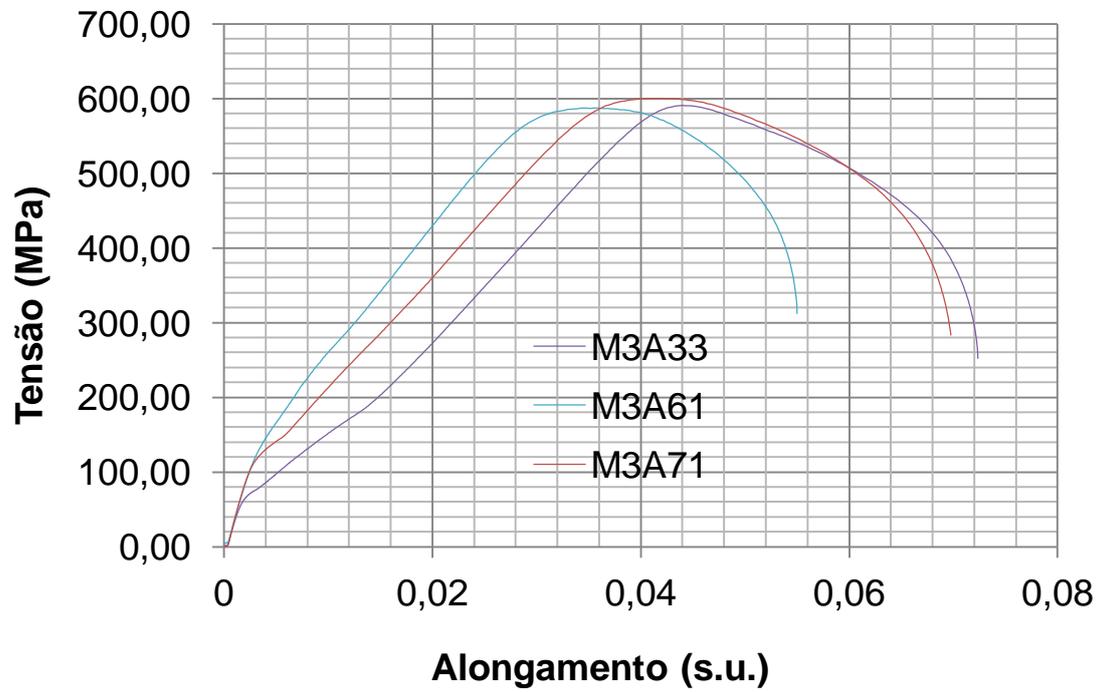


Figura 36 – Curvas representativas entre os três aços para a laminação a frio.

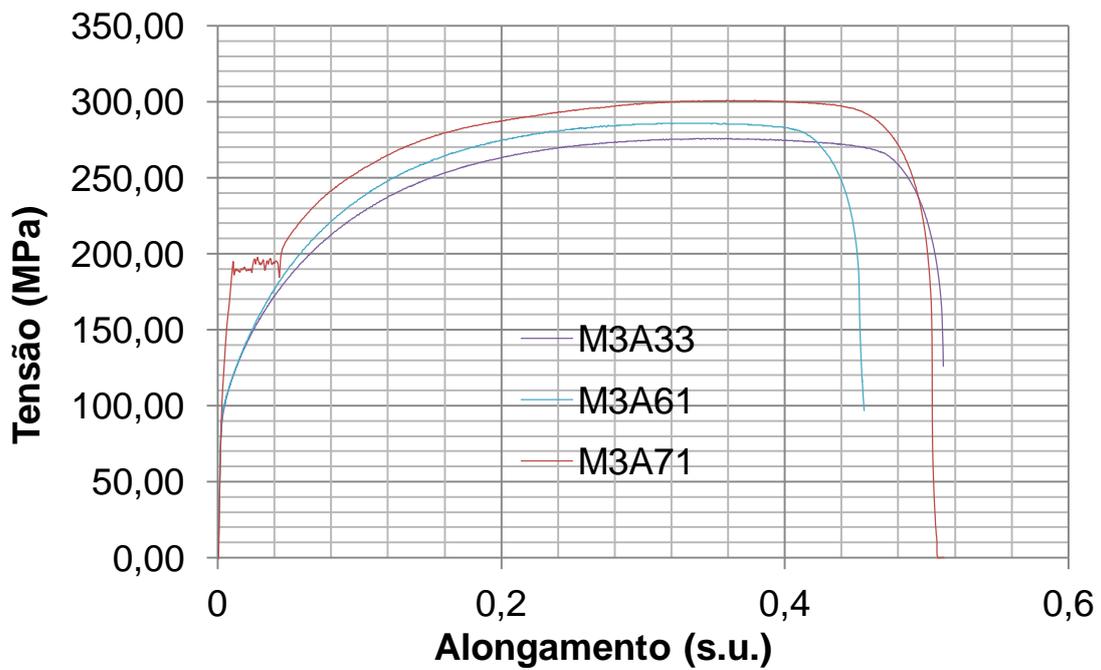


Figura 37 – Curvas representativas entre os três aços para o recozimento.

Apesar do limite de escoamento descontínuo, o aço M3A71 apresenta o melhor resultado em resistência, pois exibiu limite de escoamento bem maior que os outros, tensão limite de resistência à tração ligeiramente maior e alongamento quase tão bom quanto aqueles apresentadas pelos outros dois aços. Isso indica que o fósforo tem importante papel na resistência mecânica de aços IF, seja pela sua contribuição em solução sólida ou pela formação de precipitados como o FeTiP , deixando carbono e nitrogênio em solução sólida na matriz de ferrítica e contribuindo, dessa maneira, para os dois mecanismos de endurecimento: por precipitação e por solução sólida.

5 CONCLUSÃO

Os aços IF estudados acompanharam, de maneira geral, as expectativas para a evolução microestrutural tradicional em função dos processamentos termomecânicos: microestrutura parcialmente recristalizada com predominância de grãos alongados após a laminação a quente; estrutura completamente alongada após a laminação a frio; e estrutura equiaxial de grãos finos totalmente recristalizada com o recozimento. As variações microestruturais mostraram grãos ligeiramente mais finos no aço contendo fósforo, seguido pelo aço contendo apenas titânio, após o recozimento. Isto mostra que o processamento foi adequado para gerar uma microestrutura refinada.

Aparentemente, a variação no tamanho de grão não influenciou significativamente as propriedades de um aço para outro. O oposto aconteceu com os limites de escoamento e ruptura: aumentaram do trabalho a quente para o trabalho a frio e diminuíram com o recozimento, mas nesse caso para um patamar inferior à condição de laminação a quente, exceto para o aço com fósforo, que manteve praticamente constante a razão LRT/LE após o recozimento.

Embora tenha apresentado melhores propriedades de resistência ao escoamento e à tração, o aço com fósforo apresentou limite de escoamento descontínuo, o que é uma indicação de que há elementos intersticiais em solução sólida e não desejável para as aplicações de conformabilidade à que se destinaria.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] R.E. Hook and H. Nyo, "Recrystallization of Deep Drawing Columbium (Nb)-Treated Interstitial-Free Sheet Steels," *Metall. Trans. A*, vol. 6A, pp. 1443-1451, 1975.
- [2] K. Sato and Y. Ishiguro, "Microchemistry of Complex Carbides," in *International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels*, ISIJ, Tokyo, 1994, pp. 45-48.
- [3] A. J. DeArdo, "Physical Metallurgy of Interstitial-Free Steels: Precipitates and Solutes," in *IF Steel 2000*, ISS, Warrendale, PA, 2000, pp. 125-136.
- [4] M. Hua, C.I. Garcia and A.J. DeArdo, "Precipitation Behavior in Ti-only, Ti+Nb Dual Stabilized and Nb-Only Ultra-Low Carbon Interstitial-Free Steels," in *Int. Symp. Phase Transformations during the Thermal/Mechanical Processing of Steel*, TMS-CIM, Vancouver, 1995, pp. 285-290.
- [5] M. Hua, C.I. Garcia, and A.J. DeArdo, "Multi-Phase Precipitates in Interstitial-Free Steels," *Scr. Metall. Mater.*, vol. 28, pp. 973-978, 1993.
- [6] M. Hua, C.I. Garcia, and A.J. DeArdo, in *Int. Symp. on Low-Carbon Steels for the 90's (TMS-AIME)*, Warrendale, PA, 1993, pp. 445-451.
- [7] G. Tither, C.I. Garcia, M. Hua, and A.J. DeArdo, "Precipitation Behavior and Solute Effects in Interstitial-Free Steels Sheets," in *International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels*, ISIJ, Tokyo, 1994, pp. 293-322.
- [8] A.J. DeArdo, "Multi-Phase Microstructures and Their Properties in High Strength Low Carbon Steels," *ISIJ International*, vol. 35, pp. 946-954, 1995.
- [9] L.E. Collins and D.L. Baragar, in *International Symposium on Interstitial Free Steel Sheet, Processing, Fabrication and Properties*, Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, Ottawa, 1991.

- [10] W.C. Leslie, *The Physical Metallurgy of Steels*.: McGraw Hill, 1981.
- [11] A. Kelly and R. B. Nicholson, "Precipitation Hardening," *Progress in Materials Science*, vol. 10, no. 3, 1963.
- [12] T. Gladman, *The Physical Metallurgy of Microalloyed Steels*.: Maney Publishing, 1997.
- [13] L.M. Brown and R.K. Ham, "Dislocation-Particle Interactions," in *Strengthening Methods in Crystals*, A. Kelly and R.B. Nicholson, Ed.: Applied Science Publishers, 1971, pp. 2-121.
- [14] S. Satoh, T. Obara, and K. Tsunoyama, *Trans. Iron Steel Inst.*, vol. 26, pp. 737-744, 1986.
- [15] S. Floreen and J. H. Westbrook, "Grain Boundary Segregation and the Grain Size Dependence of Strength of Nickel-Sulfur Alloys," *Acta Metall.*, vol. 17, no. 9, pp. 1175-1181, Sept 1969.
- [16] K.T. Aust, R.E. Hanneman, P. Niessen, J.H. Westbrook, "Solute Induced Hardening near Grain Boundaries in Zone Refined Metals," *Acta Met.*, vol. 16, pp. 291-302, 1968.
- [17] M.H. McAdon and W. A. Goddard III, *Phys. Rev Lett.*, vol. 55, pp. 2563-2567, 1985.
- [18] M.H. McAdon and W. A. Goddard III, *J. Phys. Chem.*, vol. 91, pp. 2607-2631, 1987.
- [19] W. Losch, "A New Model of Grain Boundary Failure in Temper Embrittled Steel," *Acta Met.*, vol. 27, no. 12, pp. 1885-1892, 1979.
- [20] R.P. Messmer and C.L. Briant, "The Role of Chemical Bonding in Grain Boundary Embrittlement," *Acta Met.*, vol. 30, pp. 457-467, 1982.
- [21] H. Abe and S. Satoh, *Kawasaki Steel Techn. Rep*, vol. 22, p. 48, 1990.

- [22] H. Takechi, in *Microalloying '95, ISS*, vol. 71, Warrendale, PA, June 11-14, 1995, p. 71.
- [23] W. Bleck, R. Bode, O. Maid, L. Meyer, in *Symposium on High Strength Sheet Steels for the Automotive Industry*, Baltimore, 1994, p. 141.
- [24] C. Escher, V. Brandenburg, I. Heckelmann, "Bake hardening and ageing properties of hot-dip galvanized ULC steel grades," in *International symposium on niobium microalloyed sheet steels for automotive applications*, Araxa, 2006.
- [25] R. F. Ribeiro, "Aperfeiçoamento do Corte Lateral de Aços Livres de Intersticiais Laminados a Quente," *Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da USP*, 2009.
- [26] E.M.S. Rizzo, *Introdução aos Processos Siderúrgicos*. São Paulo: ABM, 2005.
- [27] H.V.G. Segundo, "Efeito da Variação do teor de P e da Adição Conjunta de TiNb nas Propriedades Mecânicas dos Aços IF," *Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da UFRJ*.
- [28] F. Stouvenot, F. Chatelain and D. Huhin, "Kinetics of Decarburization of ULC Steels in Vacuum Tank Degasser at Sollac Florange," in *39th Mechanical Working and Steel Processing Conference, Iron and Steel Society*, Warrendale, PA, 1998, pp. 283-288.
- [29] G. Dieter, *Mechanical Metallurgy*.: McGraw Hill, 1986.
- [30] W.B. Hutchinson, K. I. Nilsson and J. Hirsch, "Annealing Textures in Ultra-Low Carbon Steels," in *Metallurgy of Vacuum-Degassed Steel Products*, R. Pradhan, Ed. Warrendale, PA: TMS-AIME, 1990, pp. 57-61, 109-126.
- [31] F.J. Humphreys and M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Oxford : Elsevier Science, 1995.
- [32] J.J. Jonas and H.J. McQueen, "Recovery and Recrystallization during High Temperature Deformation," in *Treatise on Materials Science and Technology*, R. J. Arsenault, Ed.: Academic Press, 1975, p. 394.

- [33] H.J. McQueen and J.E. Hockett, "Microstructures of Aluminum Compressed at Various Rates and Temperatures," *Metall. Trans.*, vol. 1, p. 2997, 1975.
- [34] V.M. Segal, "Equal Channel Angular Extrusion: From Macromechanics to Structure Formation," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 271, p. 322, 1999.
- [35] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev and I.V. Alexandrov, "Bulk Nanostructured Materials from Severe Plastic Deformation," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 45, p. 103, 2000.
- [36] D.A. Hughes and N. Hansen, "Characterization of Sub-Micrometer Structures in Heavily Deformed Metals Over the Entire Misorientation Angle Range," *Ultrafine Grained Materials*, p. 195, 2000.
- [37] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen and A.D. Rollett, "Current Issues in Recrystallization: A Review," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 238, p. 219, 1997.
- [38] T. Sakai, M. Ohashi, K. Chiba and J.J. Jonas, "Recovery and Recrystallization of Polycrystalline Nickel after Hot Working," *Acta Metall.*, vol. 238, p. 1781, 1988.
- [39] G. E. Dieter, H.A. Kuhn and S.L. Semiatin, *Handbook of Workability and Process Design.*: ASM International.
- [40] M. Braunovic, C.W. Haworth and R.T. Weiner, "Grain-boundary Hardening in Iron and Iron Alloys," *Metal Science Journal*, vol. 2, pp. 68-73, 1968.
- [41] W.A. Spitzig, "The Effects of Phosphorus on the Mechanical Properties of Low-carbon Iron," *Met. Trans. A*, vol. 3, pp. 1183-1188, 1972.
- [42] B. Gerber, "Microalloyed, Vacuum Degassed High Strength Steels with Special Emphasis on IF Steels," in *39th MWSP Conference*, Indianapolis, 1997, pp. 159-164.
- [43] R. Pradhan, "Cold Rolled Interstitial Free Steels: A Discussion of Some Metallurgical Topics," in *IF IFS 94*, Tokyo, 1994, pp. 165-177.

- [44] I. Gupta et al., "Development of Cold Rolled High Strength Sheet Steels," in *Mechanical Working and Steel Processing Conference*, 1979.
- [45] M.Y. Yamada, Y. Tokunaga and M. Yamamoto, "Effect of Nb and Ti on Resistance to Cold Work Embrittlement of Extra Low-Carbon High Strength Steel Sheet Containing Phosphorus," *Tetsu-to-Hagane*, vol. 73, pp. 1049-1056, 1987.
- [46] S. Teshima and M. Shimizu, "Recrystallization Behavior of Cold Rolled Mild Steel," in *Mechanical Working of Steel II*, T.G. Bradbury, Ed.: Gordon and Breach, 1964.
- [47] Y. Eiko, *ISIJ International*, vol. 34(1), pp. 99-107, 1984.
- [48] W.A. Spitzig and R.J. Sober, "Effect of Phosphorus on the Mechanical Properties of Hot rolled 0.1C-1.0 Mn Steel Strip," *Met Trans A*, vol. 8A, pp. 1585-1590, 1977.
- [49] W.A. Spitzig and R.J. Sober, "Effect of Phosphorus on the Mechanical Properties of Normalized 0.1 Pct C, 1.0 Pct Mn Steels," *Met Trans A*, vol. 8A, pp. 651-655, 1977.
- [50] M. Abe, Y. Kokabu, N. Arai and S. Hayami, *Journal of the Japan Inst. Metals*, vol. 45, p. 942, 1981.
- [51] M. Abe, K. Ushioda, *Scand. J. Metall.*, vol. 13, p. 27, 1984.
- [52] M. Lamberiguts and T. Greday, "Mechanisms Operative During Hot Rolling and Cooling of HSLA Steels," in *The Hot Deformation of Austenite*, J.B. Balance, Ed., 1977, pp. 286-315.
- [53] R. Coladas, J. Masounave and J. P. Ballon, *The Hot Deformation of Austenite*, J.B. Balance, Ed., 1977.
- [54] J. J. Jonas, I. Weiss, "Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed steels," *Mater. Sc. Eng.*, vol. 13, pp. 238-245, 1979.
- [55] I. Weiss and J.J. Jonas, "Interaction Between Recrystallization and Precipitation During the High Temperature Deformation of HSLA Steels," *Metall. Trans. A*, vol.

- 10A, pp. 831-840, 1979.
- [56] R. K. Ray, M. P. Butrón-Guillén, J. J. Jonas, and G. E. Ruddle, "Effect of Controlled Rolling on Texture Development in a Plain Carbon and a Nb Microalloyed Steel," *ISIJ Int.*, vol. 32 n°2, pp. 203-212, 1992.
- [57] R. K. Ray, J. J. Jonas, and R. E. Hook, "Cold Rolling and Annealing Textures in Low Carbon and Extra Low Carbon Steels," *Int. Mat. Rev.*, vol. 39 n°7, pp. 129-172, 1994.
- [58] A.D. Rollett, "Advanced Characterization and Microtexture Analysis," *MRSEC, Department of Materials Science and Engineering*, 2004.
- [59] R.E. Hook, "Physical Asymmetry of the Crystallographic texture of an Interstitial-Free Sheet Steel," *Metall. Trans. A*, vol. 24A, pp. 2009-2019, Sept 1993.
- [60] K. Tsuyonama, et al., "Effect of Lowering Sulfur Content in Ti-Added, Deep - Drawable Hot- and Cold- Rolled Sheet Steels," in *Hot and Cold Rolled Sheet Steels*, TMS, Warrendale, PA, 1988, pp. 155-164.
- [61] W.B. Hutchinson, K. Ushioda, *Scand. J. of Metall.*, vol. 13, pp. 269-284, 1984.
- [62] H. Inagaki, *Trans. ISIJ*, vol. 24, pp. 266-274, 1984.
- [63] C. Dasarathy, R. Gillanders, and R. C. Hudd, "Some Observations on the Development of Deep Drawing Characteristics in Low Carbon Steels Containing 0.07 to 0.27 wt% Niobium," Proc. 4th Int. Conf on Textures and Properties of Materials, Eds., in *4th Int. Conf on Textures and Properties of Materials, Institute of Metals*, London, 1975, Published in 1976, pp. 245-254.
- [64] D. J. Willis and M. Hatherly, "Texture Development in Niobium Stabilized Steel Sheet," in *4th Int. Conf on Textures and Properties of Materials*, London, 1975, Published in 1976, pp. 48-53.
- [65] R.E. Hook, A.J. Hecker and J.A. Elias, "Texture in Deep Drawing Columbium (Nb)-Treated Interstitial- Free Steels," *Metall. Trans. A*, vol. 6A, pp. 1683-1692, 1975.

- [66] U. von Schlippenbach, F. Emren and K. Lucke, "Investigation of the Development of the Cold Rolling Texture in Deep Drawing Steels by ODF-Analysis," *Acta Metall.*, vol. 34 n°7, pp. 1289-1301, 1986.
- [67] D. O. Wilshynsky, D. K. Matlock and G. Kranss, "Microstructure and Mechanical Properties of Interstitial-Free Steel Sheet Steels with Different Stabilizing Additions," in *Metallurgy of Vacuum-Degassed Steel Products*. Warrendale, PA: TMS, Oct. 3-5, 1989.
- [68] H. Inagaki, "Transformation Textures in Control-rolled High Tensile Strength Steels," *Trans. ISIJ*, vol. 17, pp. 166-173, 1977.
- [69] S. Satoh, "A New Process for Manufacturing Deep-Drawing Cold Rolled Steel Sheets from Extra Low Carbon Steels," KSC Report, 1985.
- [70] Y. Furono, "Effect of Hot Rolling in Ferrite Phase on the Mechanical Properties of Very- Low Carbon Titanium Cold Rolled Sheet Steels," *Tetsu-To-Hagne*, vol. 71 n°13, p. S1362, 1985.
- [71] S. Sayanagi, "Effect of Hot Rolling Conditions on the Mechanical Properties of Very Low Carbon Ti-Bearing Cold Rolled Steels," *Tetsu-To-Hagne*, vol. 71 n°13, p. S1361, 1985.
- [72] H. Katoh et al., "Cold Rolled Steel Sheets Produced by Continuous Annealing," in *Technology of Continuously Annealed Cold Rolled Sheet Steel*. Warrendale, PA: TMS-AIME, 1985, pp. 37-60.
- [73] S. Tosaka, "Influence of Hot Rolling Conditions upon Mechanical Properties of ULC Stabilized Steel Sheets for Automobile Use," in *MWSP*, Warrendale, PA, 1989, pp. 523-531.
- [74] I. Gupta and D. Bhattacharya, "Metallurgy of Formable Vacuum Degassed Interstitial-Free Steels," *Metallurgy of Vacuum Degassed Steels*, pp. 43-72, 1990.
- [75] I. Gupta, T. Parayil and L.-T. Shiang, "Effect of Processing Parameters on the Properties of Cold Rolled Interstitial-Free Steels," in *Hot- and Cold-Rolled Sheet*

Steels, TMS, Warrendale, PA, 1988, pp. 139-153.

- [76] T. Senuma, "Physical Metallurgy for Producing Super Formable Deep Drawing Steel Sheets," vol. 1, pp. 157-168, 1988.
- [77] O. Hashimoto, A. Satoh, T. Irie, N. Ohashi, "Ultra-low C-Nb-P steel sheet with high strength and excellent deep drawability," in *International Conference on Advances in Physical Metallurgy and Applications of the Steel*, vol. Book 284, 1982, pp. 95-104.
- [78] M.P. Butrón-Guillén and J. J. Jonas, in *International Forum for Physical Metallurgy of IF Steels*, Tokyo, 1994, pp. 123-126.
- [79] S. Satoh, T. Obara, M. Nishida and T. Irie, "Effects of Alloying Elements and Hot Rolling Conditions on the Mechanical Properties of Continuous Annealed Extra-Low-Carbon Steel Sheet," in *Technology of Continuously Annealed Cold Rolled Sheet Steel*, R. Pradhan, Ed. Warrendale, PA: TMS-AIME, 1984-1985, pp. 151-166.
- [80] N. Yoshinaga, K. Ushioda, S. Akamatsu and O. Akisue, "Precipitation Behavior of Sulfides in Ti-added Ultra Low-carbon Steels in Austenite," *ISIJ Int.*, vol. 34, pp. 24-32, 1994.
- [81] L.J. Ruiz-Aparicio, "Development of Crystallographic Texture in Ultra-Low Carbon Sheet Steel," *Ph.D. Dissertation, School of Engineering, University of Pittsburgh*, 1998.
- [82] L. J. Ruiz-Aparicio, C. I. Garcia, and A. J. DeArdo, "The Role of Transformation Textures on the Development of Cold Rolled and Annealing Textures in Ultra-Low Carbon Steels," in *IF Steels 2000*, Warrendale, PA, 2000, pp. 85-96.
- [83] A. Najafi-Zadeh, S. Yue and J.J. Jonas, "Influence of Hot Strip Rolling Parameters on Gamma (γ) - Recrystallisation in IF Steels," *ISIJ Int.*, vol. 32, p. 213, 1992.