

EVOLUÇÃO MICROESTRUTURAL E SEU EFEITO NO COMPORTAMENTO MECÂNICO DO AÇO Nb-Ti DE GRÃO ULTRAFINO LAMINADO A MORNHO¹

Dayanna Moreira Duarte²
Erick Ribeiro de Faria²
Érica Aparecida Silva Ribeiro²
Oscar Balancin³
Dagoberto Brandão Santos⁴

Resumo

A obtenção de aços baixo carbono microligados pelo processamento termomecânico para atingir alta resistência mecânica e tenacidade a baixas temperaturas, com boas características de ductilidade e soldabilidade, tem sido o grande objetivo da produção industrial desses materiais. Por outro lado, o comportamento desses materiais de granulação ultrafina quando deformados plasticamente tem se mostrado bastante interessante. Por exemplo, o alongamento uniforme aumenta com a redução do tamanho de grão ferrítico ao mesmo tempo em que se reduz a razão elástica. Assim, o objetivo deste trabalho foi acompanhar a evolução da microestrutura ao longo do processamento térmico e mecânico para interpretar o desempenho mecânico de um aço microligado baixo carbono (0,11% C, 1,41% Mn, 0,028%Nb e 0,012%Ti) de grão ferrítico ultrafino, obtido através de tratamentos térmicos de têmpera, laminação a morno e recozimentos intercrítico e subcrítico. A evolução do tamanho de grão ferrítico do aço recozido a 550 e 800°C foi verificada por metalografia quantitativa e por técnicas de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). Para avaliar o comportamento mecânico, foram realizados os testes de tração e impacto. Os valores de tamanho de grão ferrítico variaram até 29% entre o primeiro e último tempo de recozimento. A resistência mecânica para o aço constituído por matriz ferrítica e dispersão de carbonetos nanométricos mostrou um acréscimo de 25%, quando comparada com o aço na condição de fornecimento. Por sua vez, para o aço recozido a 800°C, houve aumento na resistência mecânica e na energia absorvida no ensaio de impacto.

Palavras-chave: Grão ultrafino; Recozimento intercrítico; Laminação a morno; Cementita.

THE ULTRAFINE GRAIN SIZE EFFECT ON MECHANICAL BEHAVIOR OF A Nb-Ti STEEL PROCESSED BY WARM ROLLING AND INTERCRITICAL AND SUBCRITICAL ANNEALING

Abstract

The ferritic grain refinement is a powerful mechanism to improve mechanical properties of low carbon steels providing steels with high strength toughness at low temperatures and good weldability characteristics. The grain size refining is the unique mechanism capable of to increase both mechanical strength and toughness. In this way the refining of ferritic grain is a very attractive processing. The steel with an ultra-fine ferritic grain structure shows the better relationship between mechanical strength, ductility and toughness, while the low carbon content enhances good welding characteristics. The objective of this work was to investigate the behavior of work hardening of a microalloyed low carbon-manganese (0,11% C, 1,41% Mn, 0,028%Nb e 0,012%Ti) steel with ultra-fine ferritic grain structure produced through thermal treatment, warm rolling, followed by sub and intercritical annealing. After quenching in ice brine, steel samples were submitted to warm rolling at 700°C, with three pass of 0.23 true strain thickness reduction and air cooled. The following intercritical annealing treatment was done at 550 or 800°C for soaking times from 5 up to 120 min. The mechanical behavior of the steel was estimated using tensile and impact tests. The mechanical strength obtained after all processing have shown a 15% increasing when compared with results from the steel in as hot rolling industrial condition. However, the toughness has decreased due to the formation of delamination.

Key words: Warm rolling; Ultra-fine grain; Cementite; Sub critical annealing.

¹ Contribuição técnica ao 45º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 21 a 24 de outubro de 2008, Ipojuca - Porto de Galinhas - PE

² Aluno de graduação em Engenharia Metalúrgica no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola de Engenharia da UFMG

³ Sócio da ABM - Professor Associado do Departamento de Engenharia de Materiais UFSCAR

⁴ Sócio da ABM - Professor Associado do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais Escola de Engenharia da UFMG

1 INTRODUÇÃO

Um dos principais objetivos no desenvolvimento de aços baixo carbono é o refinamento de grão ferrítico, uma vez que esse mecanismo confere ao aço alta resistência mecânica, alta tenacidade, baixa temperatura de transição e boa soldabilidade.^(1,2) A adição de elementos microligantes como Nb e Ti aos aços com baixo carbono e alto manganês torna possível o processamento termomecânico, que leva a um melhor controle da microestrutura austenítica e ferrítica, visto que tais elementos atuam diretamente nos processos de restauração do aço.⁽²⁾

O processamento industrial dos aços empregados na indústria automobilística, na fabricação de dutos de grande diâmetro para transporte de gás e óleo e na fabricação de navios e plataformas de exploração de petróleo⁽¹⁻⁴⁾ confere um tamanho de grão ferrítico mínimo da ordem de 5 μm .⁽⁴⁾

Existem várias rotas de processamento para se obter uma estrutura ferrítica de grão ultrafino (em torno de 2 μm), além disso, várias qualidades de aço podem ser processadas e trabalhadas.⁽⁵⁻¹³⁾ A microestrutura ultrafina pode ser produzida em aços submetidos a tratamentos térmicos, quando combinados com o trabalho a morno e recozimento intercrítico.^(14,15)

A laminação intercrítica ou laminação a morno de aços baixo carbono e microligados é efetivada a temperaturas em que um material deformado compõe-se de ferrita ou de uma mistura de ferrita e austenita. A adição de um recozimento intercrítico ao processamento altera a situação da subestrutura remanescente da deformação na região bifásica, o que promove o refino do grão ferrítico e a formação de um segundo constituinte, MA, com melhorias significativas na resistência, ductilidade e encruamento do material.⁽¹⁴⁾

Trabalhos recentes têm mostrado que a combinação de ferrita com carbonetos dispersos conduz a um aumento de resistência mecânica, mantendo-se ainda uma considerável ductilidade.⁽¹¹⁻¹³⁾

Assim, o objetivo deste trabalho foi a obtenção de uma matriz ferrítica de granulação ultrafina em aço Nb-Ti contendo como segundo constituinte a martensita-austenita, MA, ou cementita. Essa comparação foi recentemente relatada na literatura.⁽¹⁵⁾ No presente trabalho se faz uma descrição da evolução da microestrutura desse aço e sua correlação com o desempenho mecânico, principalmente a resistência mecânica e tenacidade.

2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A composição química do aço investigado é dada na tabela 1. Inicialmente, as amostras com dimensões de 16 x 40 x 50 mm foram austenitizadas a 900°C e temperadas em salmoura e gelo. Logo após a têmpera, realizou-se o aquecimento das amostras por 30 min à 740°C, para laminá-las em um laminador de laboratório a 700°C, envolvendo três passes com 20% de redução de espessura em cada. A determinação das temperaturas críticas de transformação de fases desse aço foi obtida de um trabalho anteriormente publicado.⁽¹⁴⁾

Tabela 1 Composição química do aço utilizado (% peso).

Elemento	C	Mn	Si	Al	P	S	Nb	Ti
Teor	0,11	1,41	0,29	0,022	0,025	0,008	0,028	0,012

Após o último passe, as amostras foram resfriadas ao ar. O recozimento intercrítico seguinte consistiu em aquecer as amostras laminadas a morno em

tempos variados em temperaturas constantes de 550 ou 800°C e, posteriormente, resfriamento ao ar. Todo o processamento está esquematizado na Figura 1.⁽¹⁵⁾

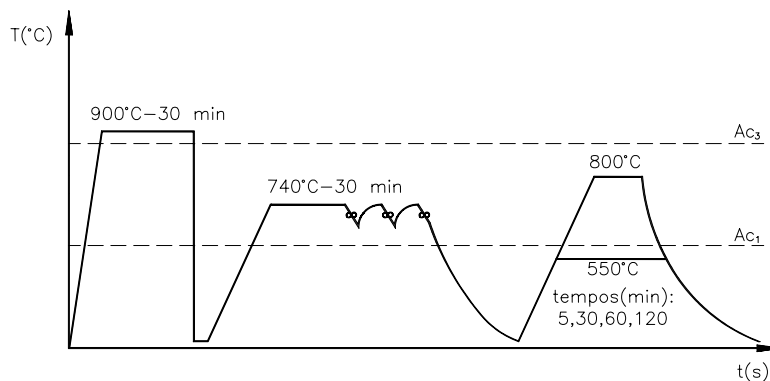


Figura 1 - Esquema de processamento térmico e mecânico aplicado ao material investigado.⁽¹⁵⁾

O tamanho de grão ferrítico, em função de suas dimensões reduzidas, foi avaliado no analisador de imagens através da medição da área de cada grão em fotomicrografias obtidas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) com aumento de 2000X. Foram medidos no mínimo duzentos grãos por amostra. A raiz quadrada desse valor médio corresponde ao tamanho de grão ferrítico. Os resultados foram processados em uma planilha estatística, que permitiu calcular a média, o desvio padrão e o erro relativo menor que 5% para um nível de confiança de 95%. O método de cálculo corresponde àquele estabelecido nas normas ASTM E112 e E562-83. A microestrutura das amostras, após recozimento, foi caracterizada por microscopia óptica e eletrônica de varredura. Para esses exames, usou-se o ataque com reativo nital 2% e o reativo de LePera.^(14,15) Através da microscopia óptica foi avaliada a quantidade percentual dos constituintes MA (martensita e austenita retida), carbonetos e ferrita. Para análise da textura cristalográfica, foi utilizada a microscopia de orientação da imagem (OIM) por EBSD. Após os ciclos térmicos, as amostras foram submetidas a testes de tração a temperatura ambiente a uma taxa de deformação de 10^{-3} s^{-1} para obtenção das propriedades mecânicas. Os corpos de prova sub-tamanho foram usinados de acordo com a norma ASTM A-370. Os testes de impacto Charpy foram efetivados a -20°C.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Laminação a Morno Seguida de Têmpera

O tamanho de grão austenítico do material temperado foi 10 μm (Figura 2(a)). A microestrutura, após o terceiro passe e resfriamento em água, encontra-se encruada em função do trabalho a morno e é ilustrada nas Figuras 2(b) e 3. A subestrutura é visível nas micrografias da Figura 3(a,b).

3.2 Recozimento Intercrítico e Subcrítico

A Figura 4 (seta) permite identificar a temperatura de recristalização após o trabalho a morno, em torno de 550°C. A evolução microestrutural do material em função do tempo de recozimento pode ser acompanhada na Figura 5.

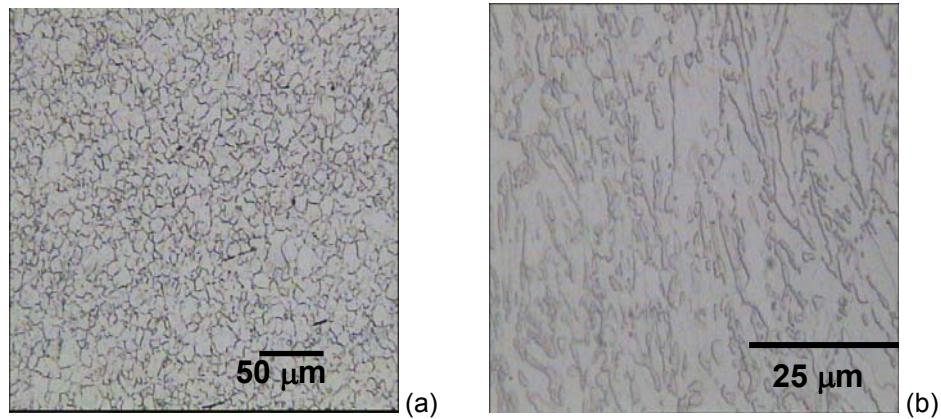


Figura 2 – Amostra temperada em salmoura a partir de 900°C; tamanho de grão austenítico de 10 µm; ataque com ácido pícrico 200X (a). Amostra temperada logo após o terceiro passe de laminação a morno (0,66 deformação real); ataque com nital 2% 1000X (b). Ilhas de martensita sobre a matriz ferrítica (b).

Para o recozimento a 550°C, tem-se o revenimento do constituinte MA, resultante ainda da laminação a morno intercrítica (Figura 5(a)), se transformando para ferrita e cementita. Essa cementita coalesce com o aumento do tempo e concentra nos contornos de grãos ferríticos (Figura 5(b)). À medida que o tempo de recozimento aumenta, a recristalização ocorre em maior intensidade e de forma mais homogênea, para, posteriormente, ocorrer o crescimento de grão (Figura 5(c,d)).

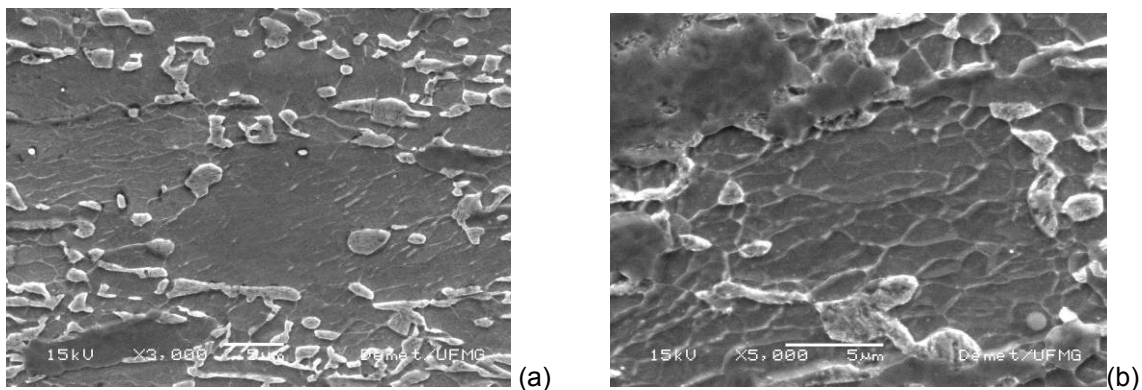


Figura 3 – Amostra temperada em água a partir de 700°C, após a laminação a morno com deformação verdadeira de 0,66. Ataque com nital 2%, MEV. Ilhas de martensita sobre a matriz ferrítica e carbonetos dispersos (a). Detalhes da subestrutura da ferrita e ilhas de martensita. Partículas esféricas e claras são de cementita (a,b).

As micrografias apresentadas na Figura 6 referem-se às mesmas amostras da Figura 5 que foram atacadas com o reativo de LePera, onde se separa, pela tonalidade clara, o constituinte MA dos demais. O constituinte escuro é formado aglomerados de Fe_3C , enquanto a ferrita aparece na tonalidade cinza. A fração volumétrica de MA a 800°C aumenta à medida que o tempo de recozimento aumenta, e essa é responsável pelo menor limite de escoamento como é descrito adiante. Isso pode ser explicado pela maior homogeneização da austenita, que se enriquece de carbono e manganês levando a um aumento de sua temperabilidade.⁽¹⁶⁾ Esta se transforma em MA no resfriamento ao ar subsequente. Contudo, após o recozimento a 800°C o percentual do constituinte MA em geral é baixo, pois apesar de haver uma maior homogeneização da austenita, esta tem tempo suficiente para se transformar em ferrita e carbonetos no resfriamento (Figura 5(d)).

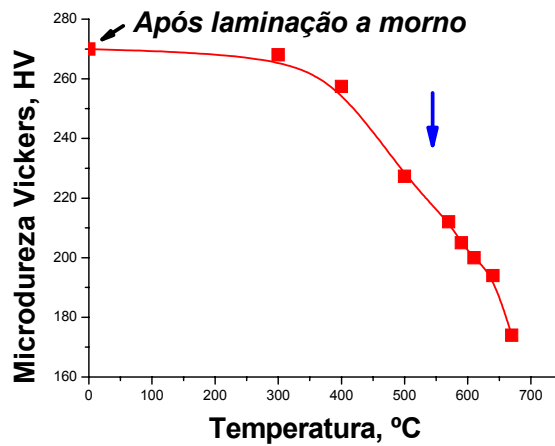


Figura 4 - Microdureza vickers em função da temperatura de recozimento por 1800 s para amostras laminadas a morno nas mesmas condições do esquema da Figura 1 e aquecidas em diferentes temperaturas.

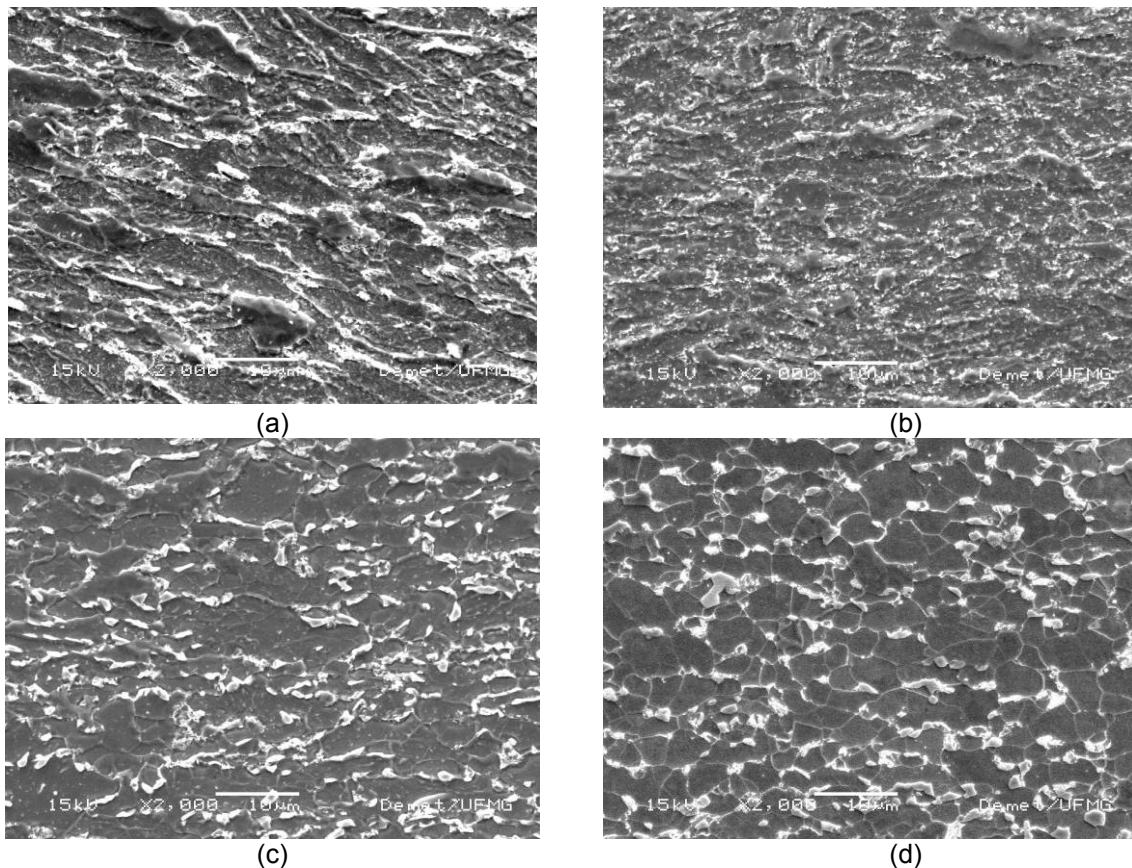


Figura 5 – Amostras recozidas durante 5 e 120 min a 550°C (a,b) e 800°C (c,d), após a laminação a morno com deformação verdadeira de 0,66. Ataque com nital 2%. MEV. Matriz ferrítica com ilhas do constituinte MA. Também se percebe detalhes dos subgrãos de ferrita em (c).

Na laminação a morno, acumula-se menor quantidade de energia do que na laminação a frio. Portanto, para se recrystalizar aços laminados a morno são necessárias temperaturas mais altas de recozimento e/ou maiores tempos.^(16,17)

Para o material que foi laminado a morno, com uma deformação real máxima de 0,67, a quantidade de energia, acumulada durante o encruamento, foi insuficiente para que na temperatura de 500 e 800°C ocorresse a recrystalização completa e

homogênea da ferrita. A parte encruada, onde o acúmulo de energia é mais pronunciado, recristaliza-se primeiro. Assim, para tempos curtos, ocorre uma recristalização não homogênea,⁽¹⁴⁻¹⁶⁾ (Figura 5 (a,c)).

3.3 Microtexturas Cristalográficas Obtidas Durante Deformação a Morno e Recozimento Subseqüente

Para a análise de microtextura, três amostras nas condições seguintes foram usadas: resfriamento ao ar após laminação a morno, recozida a 550°C e 800°C por 5 min e 1 min, respectivamente. Os resultados foram obtidos pela técnica de EBSD (Figuras 7-9).

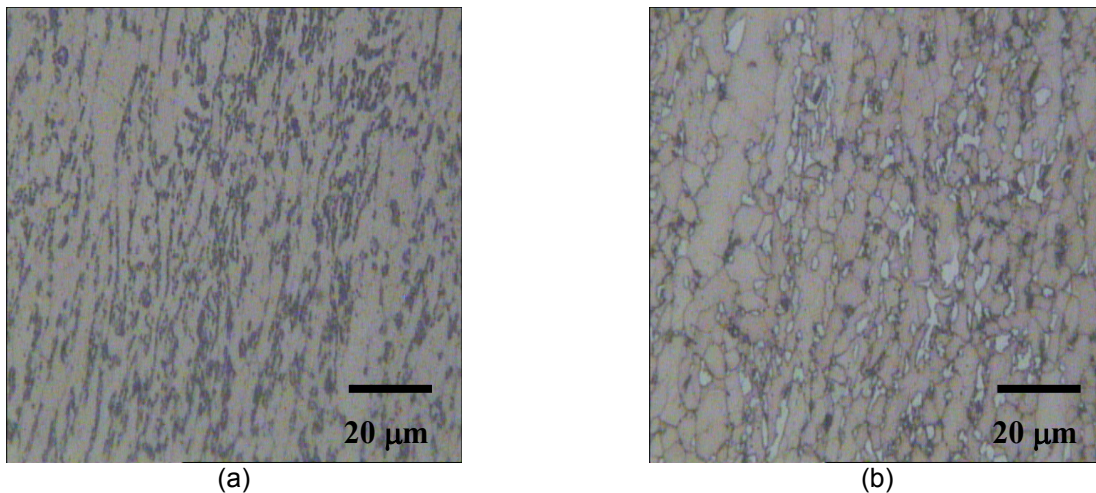
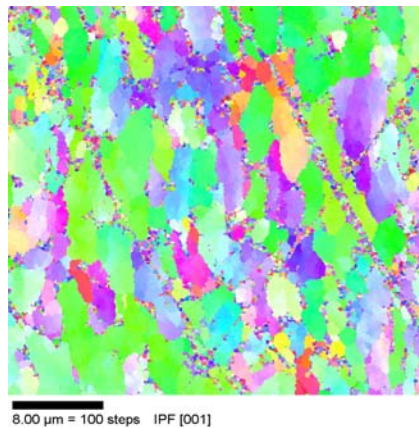
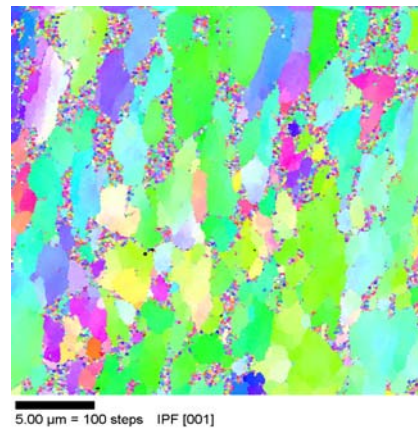


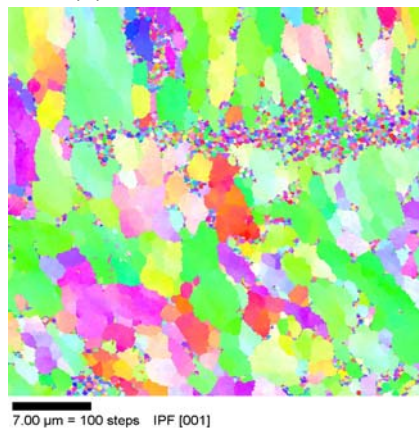
Figura 6 – Fotomicrografias óptica de amostras laminadas a morno e recozidas a 550°C (a) e 800°C (b). Tempo de encharque de 120 min. Ataque com reativo de LePera. As regiões brancas correspondem ao constituinte MA, as escuras aos carbonetos e o fundo cinza é de ferrita.



(a)



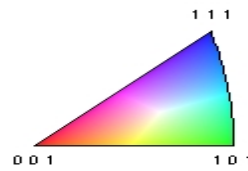
(b)



(c)

Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Inverse Pole Figure [001]
Iron Alfa



Boundaries: <none>

(d)

Figura 7 – Mapas de orientação dos grãos para o aço após a laminação a morno e resfriamento ao ar ($\epsilon=0.66$) (a), recozimento a 550°C por 5 min (b) e recozimento a 800°C por 1 min (c). Respectivo triângulo com código de cores definindo a orientação de cada grão (d). Seção correspondente a espessura da chapa. Os grãos menores correspondem ao segundo constituinte.

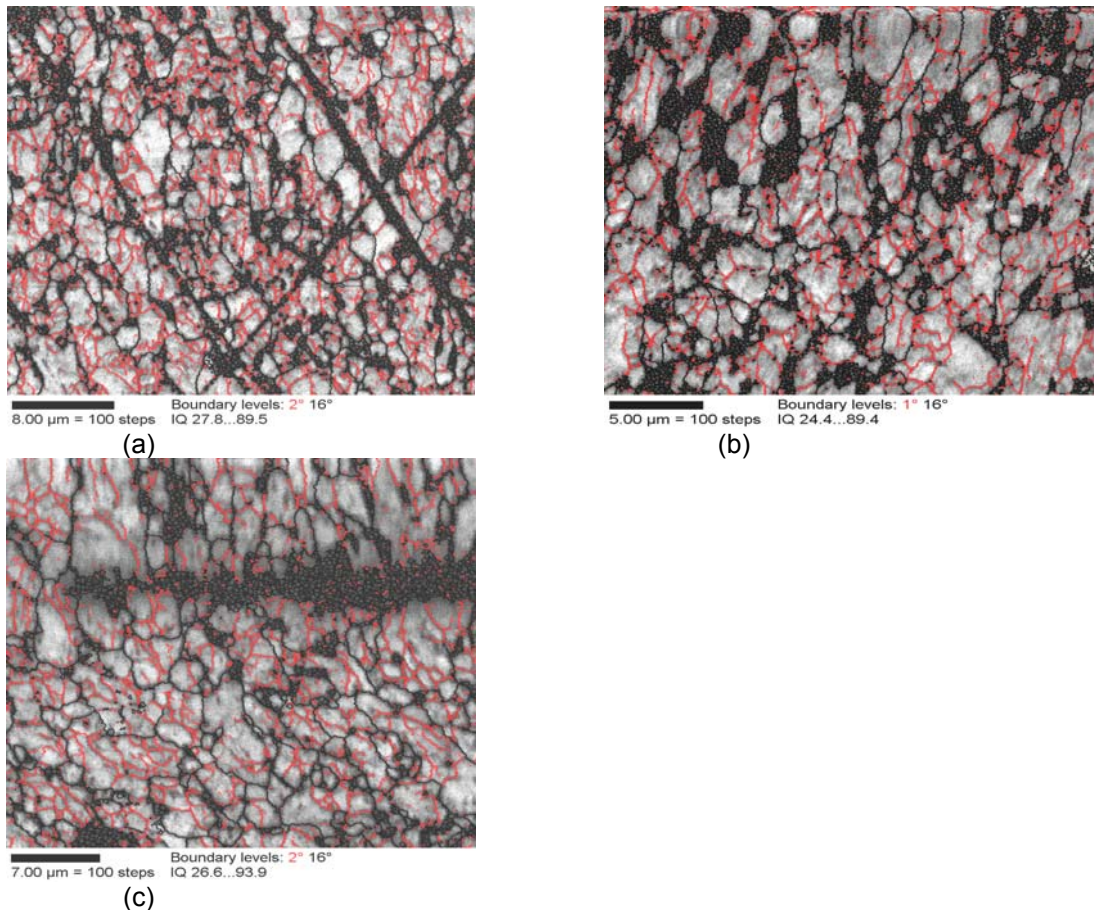


Figura 8 – Mapas de relação de orientação obtidos por OIM para o aço após a laminação a morno e resfriamento ao ar ($\epsilon=0.66$) (a), recozimento a 550°C por 5 min (b) e recozimento a 800°C por 1 min (c). Os contornos de cor vermelha correspondem a orientação entre 1 e 15° e os contornos em preto a orientação maior que 15°. É possível verificar que grande parte da estrutura apresenta contornos de baixo ângulo em todas essas condições de processamento.

A Figura 7 revela grãos maiores alongados após recuperação estática da ferrita, grãos bem menores recristalizados e a presença de um segundo constituinte. Para a temperatura de 550°C, o constituinte é a cementita, já para o material laminado a morno e recozido 800°C, é o MA,^(14,15) daí aparecer duas distribuições de tamanhos de grãos, figura 9. Os menores tamanhos correspondem ao segundo constituinte. Por sua vez, as Figuras 8 e 9 confirmam a formação e distribuição da subestrutura no material deformado e recozido por curtos períodos.

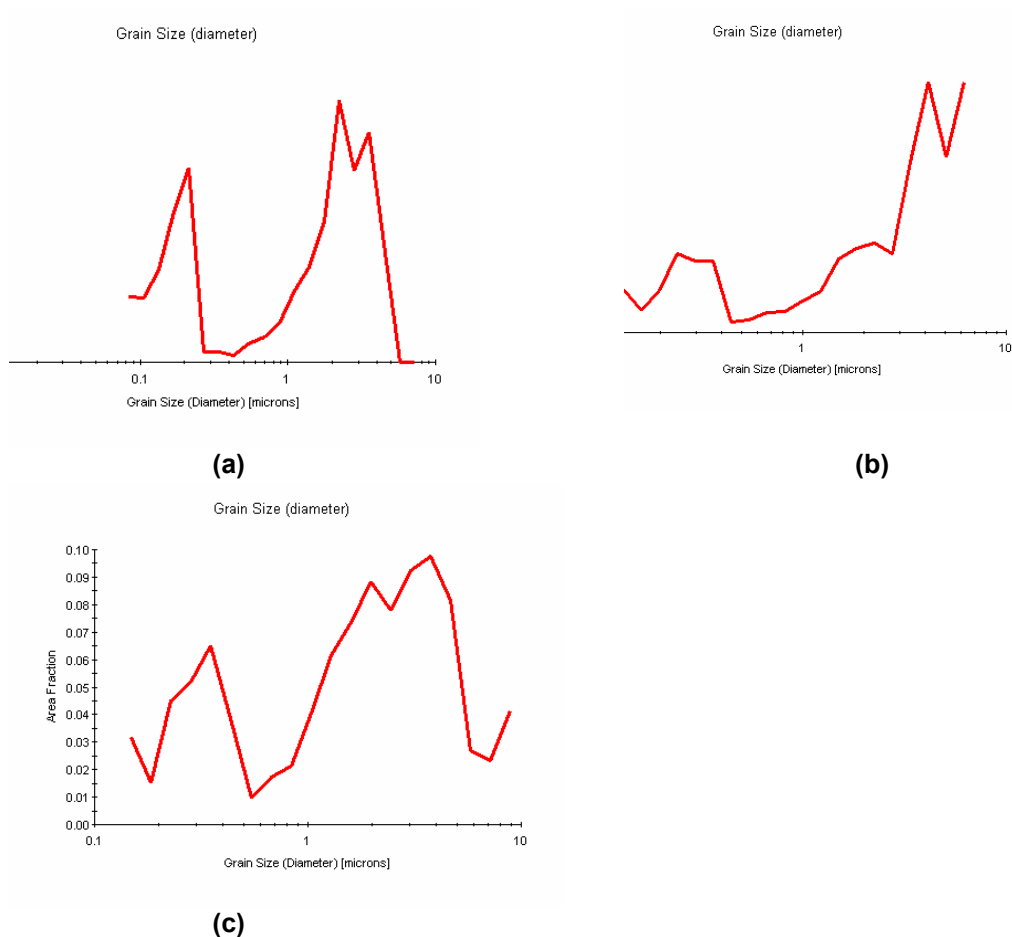


Figura 9 – Gráficos de número de grãos em função do tamanho para o aço após a laminação a morno e resfriado ao ar ($\epsilon=0.66$) (a); recozimento a 550°C por 5 min (b), e recozimento a 800°C por 1 min (c). Tamanho médio de grão em torno de 2-4 μm .

3.2 Comportamento Mecânico

Na Figura 10, são descritos o tamanho de grão ferrítico e a energia absorvida no ensaio de impacto Charpy em função do tempo de recozimento.

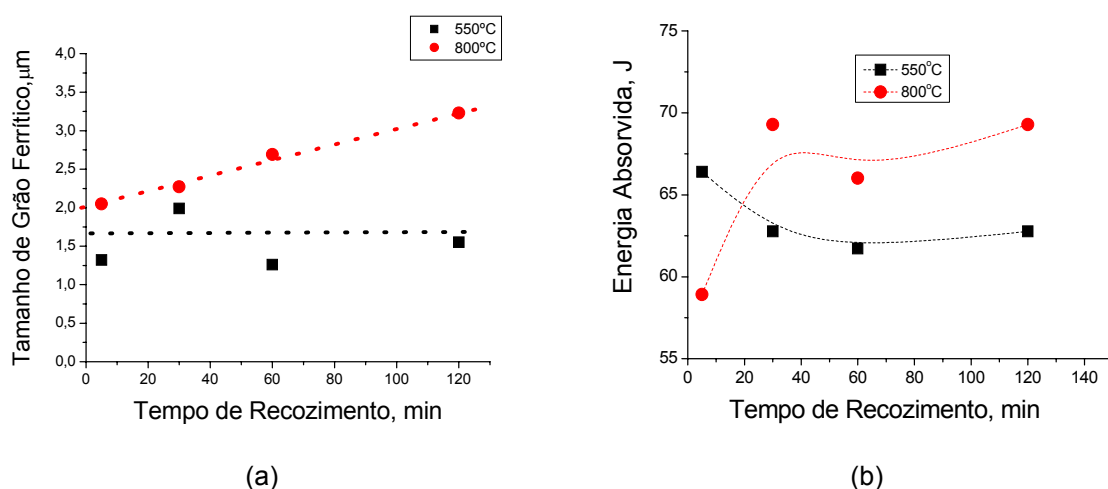


Figura 10 – Variação do tamanho de grão ferrítico e energia absorvida no ensaio de impacto Charpy em função do tempo de recozimento para as temperaturas de 550°C e 800°C.

As propriedades de tração em função do tempo de recozimento estão na Figura 11. Observa-se que o tempo de recozimento tem forte influência sobre essas, uma vez que leva às alterações significativas na microestrutura. Para o material recozido a 550°C, a resistência mecânica e tenacidade diminuem com o tempo de recozimento. Isso se deve à recuperação e recristalização da ferrita e ao coalescimento dos carbonetos, reduzindo a sua eficiência no ancoramento no movimento das deslocações.^(11,12,16)

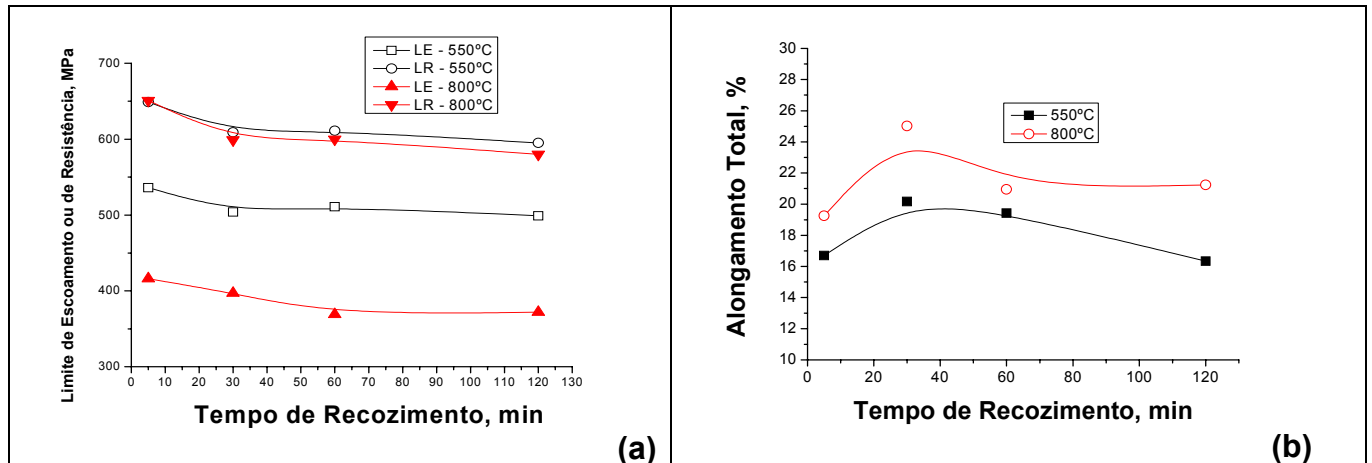


Figura 11 – Variação das propriedades mecânicas em função do tempo de recozimento para as temperaturas de 550°C e 800°C.

Para o material recozido a 800°C, ocorre também redução da resistência mecânica, porém com aumento da ductilidade (Figura 11), e, conseqüentemente, da tenacidade. As amostras, de um modo geral, apresentaram um aspecto dúctil (Figuras 12 e 13). Nas fotografias com maior ampliação podem-se observar partículas de cementita no interior das microcavidades, que, por sua vez, nuclearam-se em torno destas. Um dos aspectos observados nas Figuras 12 e 13 é a presença de delaminações na superfície das fraturas. A delaminação em corpos de prova Charpy tem sido relatada por vários pesquisadores.^(12,13,18) A quantidade de delaminações tende a aumentar com a redução do tamanho de grão e com o abaixamento da temperatura de teste. A origem de delaminações ainda não é completamente entendida. Aparentemente, microestruturas ferrítico-perlíticas intensamente deformadas, grãos de ferrita alongados, além de partículas alinhadas e inclusões, favorecem a sua ocorrência. De acordo com Song et al.,⁽¹²⁾ o fenômeno da delaminação não tem influência direta na velocidade de propagação da trinca durante o processo de fratura dúctil do corpo de prova. Entretanto, a presença de delaminações leva a uma redução na temperatura de transição dúctil-frágil em amostras Charpy de aços de granulação ultrafina devido a um decréscimo na triaxialidade do estado de tensões,^(12,18) (Figura 14).

Superfícies contendo sulcos como as observadas nas quatro fotografias nas Figuras 12 e 13 são decorrentes de delaminações e sugerem algum tipo de decoesão entre contornos de grãos alongados. Aparentemente, as trincas se propagam por meio de um mecanismo de baixa energia que produz uma superfície de fratura lisa, mas que não exibe a aparência típica de clivagem e sim dúctil com microcavidades. Contornos de grão de alto ângulo podem favorecer a propagação de trincas, especialmente quando grandes partículas de cementita estão localizadas ao longo desses contornos.^(12,13,18) Além disso, a microestrutura constituída de ferrita

e partículas de cementita alinhadas pode facilitar a abertura de trincas na direção transversal da chapa laminada e na direção da laminação ao longo da espessura.

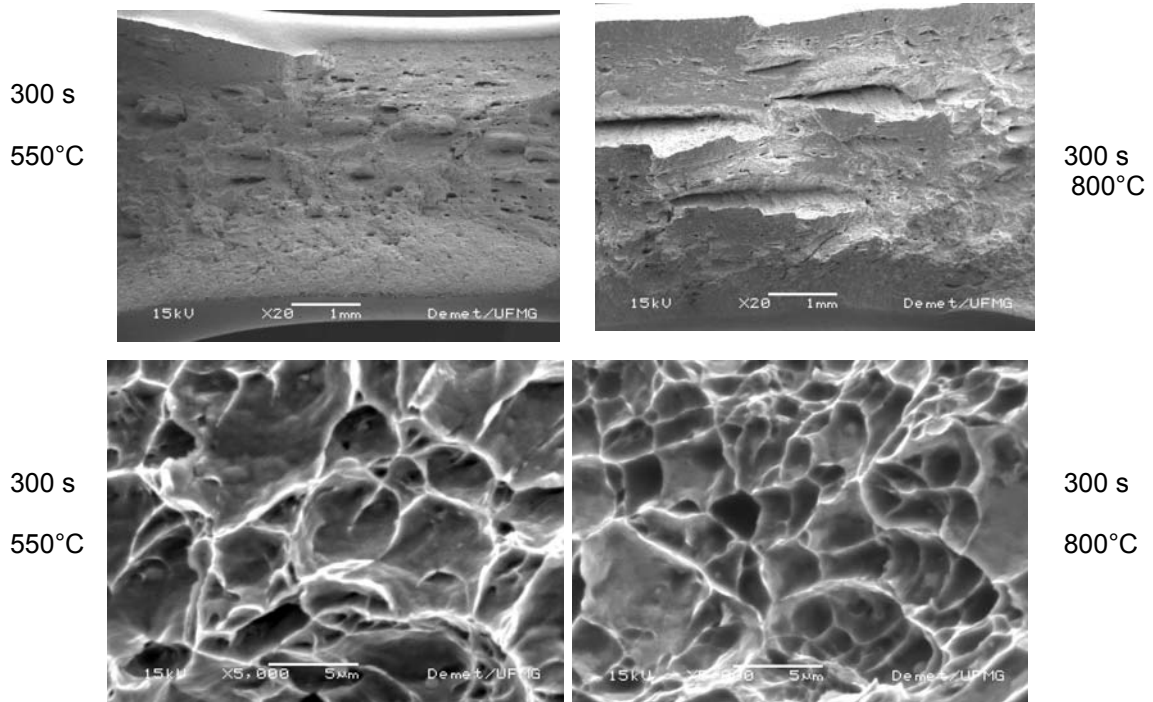


Figura 12. Fractografias obtidas no MEV ilustrando as superfícies da fratura dos corpos de prova Charpy recozidos durante 300 s a 550°C e 800°C.

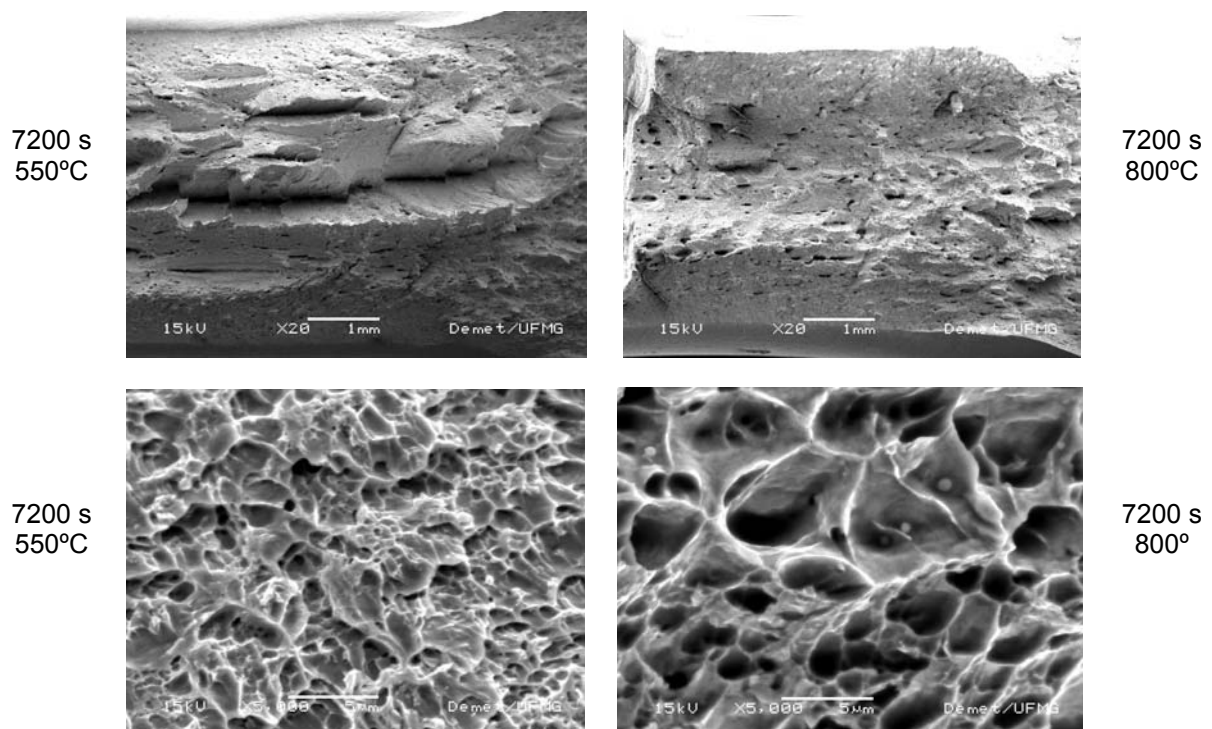


Figura 13. Fractografias obtidas no MEV ilustrando as superfícies da fratura dos corpos de prova Charpy de amostras recozidas durante 7.200 s a 550°C e 800°C.

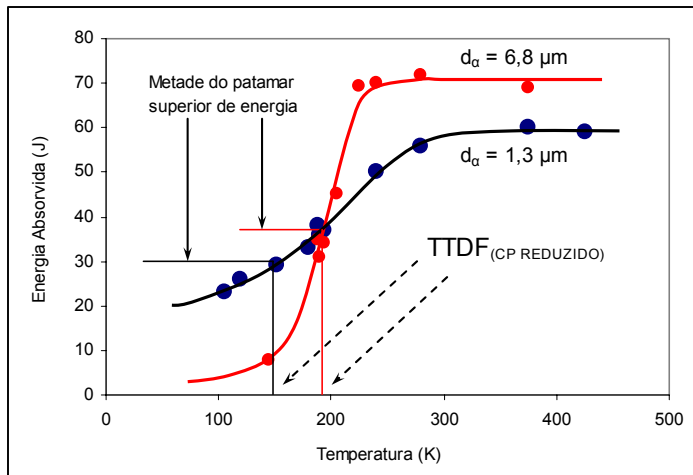


Figura 14. Efeito do tamanho de grão ferrítico de um aço C-Mn na energia absorvida nos ensaios Charpy em função da temperatura.⁽¹²⁾

3 CONCLUSÕES

O tamanho médio de grão ferrítico após o recozimento a 550°C e 800°C, situou-se entre 1,3 µm e 3,5 µm, para o menor e para o maior tempo de recozimento, respectivamente. A subestrutura resultante do processamento térmico e mecânico é responsável pela alta taxa de nucleação da ferrita, que possibilita a obtenção da granulação ultrafina. Os resultados obtidos permitem projetar uma liga com a resistência à tração mais alta, próxima de 660 MPa para 5 min de recozimento ou 600 MPa para 120 min.

O material recozido a 800°C apresentou um melhor balanço resistência-tenacidade, mostrando um notável alongamento e apresentando capacidade de encruamento da ordem de duas vezes superior a apresentada pelo material recozido a 550°C. A microestrutura e a textura cristalográfica fortemente anisotrópicas obtidas, resultante da deformação a morno, causaram uma queda significativa na tenacidade, tanto para as amostras recozidas a 550°C quanto a 800°C, i.e., comparativamente ao material original. Entretanto, esta é uma característica inerente aos aços de granulação ultrafina, uma vez que esse tipo de microestrutura requer grandes deformações para ser obtida, o que resulta na formação de delaminações acentuadas. Em contrapartida, houve uma melhoria significativa no limite de resistência e ductilidade.

REFERÊNCIAS

- 1 GALIBOIS, A., KRISHNADEV, M., DUBÉ, A. Control of Grain Size and Substructure in Plain Carbon and High Strength Low Alloy Steel - The Problem and the Prospect. Metallurgical Transactions A, v. 10a, p. 985-995, 1979.
- 2 TANAKA, T. The four stages of the thermomechanical processing in HSLA steels. In; INT. CONF. ON HIGH STRENGTH LOW ALLOY STEELS. AIME/Australasian Inst. of Metals, Wollongong, Australia, 1984. p. 6-16
- 3 HORVATH, D.C.; FEKETE J R. Opportunities and challenges for increased usage of advanced strength steels in automotive applications. Advanced high strength sheet steels for automotive applications. ADVANCED HIGH STRENGTH SHEET STEELS FOR AUTOMOTIVE APPLICATIONS. Colorado, USA, 2004. p. 3-10.

- 4 DeARDO, A.J. New challenges in the thermomechanical processing of HSLA steels. *Materials Science Forum* 2003; p. 426-432: 49-56.
- 5 VALIEV, R.Z., KORZNIKOV, .V.A., MULYUKOV. R.R. Structure and properties of ultra-fine-grained materials produced by severe plastic deformation. *Materials Science Engineering A*, v. 168, n.2, p. 141-148, 1993.
- 6 RINTARO, U., TSUJIB, N., MINAMINOB, Y., KOIZUMI Y. Effect of rolling reduction on ultrafine grained structure and mechanical properties of low-carbon steel thermomechanically processed from martensite starting structure. *Science & Technology-Advanced Materials*. v. 5, p. 153-162, 2004.
- 7 SAITO, Y., UTSUNOMIYA, H., TSUJI, N., SAKAI, T. Novel ultra-high straining process for bulk materials-development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. *Acta Materialia*, v. 47, n. 2, p.579-583, 1999.
- 8 NAGAI, K. Ultrafine-grained ferrite with dispersed cementite particles. *Journal of Materials Processing Technology*, v. 117, n. 3, p. 329-332, 2001.
- 9 HURLEY, P.J., MUDDLE, B.C., HODGSON, P.D. The Production of Ultrafine Ferrite during Hot Torsion Testing of a 0.11 Wt Pct C Steel *Metallurgical and Materials Transactions A*, v. 33A, n. 9, p. 2985-2993, 2002.
- 10 SUN, Z.Q., YANG, W.Y., QI, J.J., HU, A.M. Deformation Enhanced Transformation and Dynamic Recrystallization of Ferrite in a Low Carbon Steel During Multipass Hot Deformation. *Materials Science and Engineering A*, v. 334, p. 201-206, 2002.
- 11 OHMORI, A., TORIZUKA, S., NAGAI, K. Strain-hardening Due to Dispersed Cementite for Low Carbon Ultrafine-grained Steels. *ISIJ International*, n. 44, p. 1063-1070, 2004.
- 12 SONG R., PONGE D., RAABE D. Mechanical Properties of an Ultrafine Grained C-Mn Steel Processed by Warm Deformation and Annealing. - *Acta Materialia* v. 53, p. 4881-4892, 2005.
- 13 SONG, R., PONGE, D., RAABE, D., KASPAR, R. Microstructure and crystallographic texture of an ultrafine grained C-Mn steel and their evolution during warm deformation and annealing. *Acta Matererialia*, v. 53, p. 845-858, 2005.
- 14 SANTOS D.B., BRUZUSZEK R.K., RODRIGUES P.C.M., PERELOMA E.V. Formation of Ultra-Fine Ferrite Microstructure in Warm Rolled and Annealed C-Mn Steel. *Materials Science and Engineering A*, v. 346, p. 189-195, 2003.
- 15 SILVA, H.R., LOURENÇO, G.G., BRAGA, L.H.R., RODRIGUES, P.C.M., SANTOS, D. B. Encruamento e Tenacidade do Aço Nb-Ti de Grão Ultrafino. In: 62º. CONGRESSO ANUAL da ABM, 2007, Vitória-ES. p.3351 – 3359. CD.
- 16 HUMPHREYS, F.J., HATHERLY, M. Recrystallization and related annealing phenomena. UK: Pergamon, 1995. p. 167-164.
- 17 HAWKINS, D.N., SHUTTLEWORTH, A.A. The Effect of Warm Rolling on the Structure and Properties of Low-Carbon Steel. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON WARM WORKING. Sunderland, September 11 – 12, 1978, p. 333-345.
- 18 KIMURA, Y., INOUE, T., YIN, F., TSUZAKI, K. Inverse Temperature Dependence of Toughness in an Ultrafine Grain-Structure Steel. *Science*, v. 320, p. 1057-1060, 2008.