

MÉTODO DE MEDIÇÃO DA FRAÇÃO DE FERRITA ACICULAR EM AÇO HTP USANDO A TÉCNICA DE DIFRAÇÃO DE ELÉTRONS RETRO-ESPALHADOS (EBSD)*

Raphael Vinicius Fialho Tomaz¹ Diana Perez Escobar² Margareth Spangler Andrade³ Ronaldo Antônio Neves Marques Barbosa⁴ Kenji Camey⁵ Dagoberto Brandão Santos⁶ Fernando Gabriel Silva Araújo⁷

Resumo

A fabricação de tubos para a indústria de Petróleo & Gás tem utilizado chapas grossas de aços microligados ao Nb, através da laminação termomecânica controlada, seguida de resfriamento acelerado, o que, usualmente, resulta em microestruturas complexas, de difícil caracterização. A identificação e distribuição desses microconstituintes nos aços está relacionada com as propriedades mecânicas, com isso, para aumentar a performance dos tubos fabricados o microconstituinte ferrita acicular é desejado. Identificar e quantificar a ferrita acicular é um problema devido a semelhança com outros microconstituintes, requerendo técnicas de análises mais sofisticadas. Nesse trabalho, um aço microligado HTP com alto Nb e baixo Mn foi submetido a diferentes condições de resfriamento para avaliar a influência desses parâmetros na formação de ferrita acicular. A quantificação de fases foi feita por meio da técnica que utiliza as características dos grãos, obtidas por EBSD. Os resultados mostraram que a fração de ferrita acicular aumenta com o aumento da deformação e da taxa de resfriamento.

Palavras-chave: Ferrita Acicular; EBSD; Aços Microligados.

METHODOLOGY FOR ACICULAR FERRITE MEASUREMENT ON A HTP STEEL BY ELECTRON BACKSCATTER DIFFRACTION (EBSD)

Abstract

Fabrication of pipelines for Oil & Gas industry, have been using Nb microalloyed steels heavy plates rolling by thermomechanical controlled processed, followed accelerated cooling, resulting, usually in complex microstructures and difficult to characterize. Phase identification and quantification of these microconstituents in steels are related mechanical properties, to increase performance in steels, acicular ferrite is required. Identify and quantify acicular ferrite has become a big challenge due its similarities with others microconstituents, requiring advanced techniques for its characterization. In this work, a HTP microalloyed steel with high Nb and low Mn was submitted to different continuous cooled conditions without deformation in order to evaluate the influence of the processing parameters on acicular ferrite formation. Phase quantification was performed by using a method which is based on the grain misorientation, obtained by EBSD. The results showed that the fraction of acicular ferrite increase with cooling rate and deformation.

Keywords: Acicular Ferrite; EBSD; Microalloyed Steels.



- ¹ Engenharia Mecânica, Mestrando REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.
- ² Engenharia Metalúrgica, Doutor, Pesquisador em Tecnologia, Instituto SENAI de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, Belo Horizonte, MG Brasil.
- ³ Física, Doutora, Professora Associada da REDEMAT, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.
- ⁴ Engenharia Mecânica, Doutor, Consultor Técnico da Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração CBMM, Araxá, MG, Brasil.
- ⁵ Engenharia Metalúrgica, Ph.D., Gerente de P&D, Chapas Grossas, Gerdau Ouro Branco, Ouro Branco, MG, Brasil .
- ⁶ Engenharia Metalúrgica, Doutor, Professor Titular do Departamento de Metalurgia e Materiais da UFMG, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, MG, Brasil.
- ⁷ Física, Doutor, Professor Associado da Universidade Federal de Ouro Preto, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, MG, Brasil.



1. INTRODUÇÃO

Aços microligados utilizados nas indústrias de Petróleo e Gás requerem boa resistência mecânica e tenacidade [1-3]. Para que esses requisitos sejam atingidos conhecer a proporção e a distribuição dos microconstituintes se tornou uma ferramenta importante no estudo destes aços [4,5]. As microestruturas são complexas, com diferentes fases e microconstituintes ferríticos, com diferentes morfologias e diferentes densidades de defeitos no reticulado cristalino [6]. A identificação e a quantificação das fases utilizando os métodos convencionais de análise, como microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura, são demorados [7, 3] e estão sujeitos a erros como a falta de experiência do operador, a dificuldade de identificar os microconstituintes menores [8] ou pela amostra não estar bem preparada [9].

A difração de elétrons retroespalhados (EBSD) tem se tornado uma ferramenta importante para o estudo microestrutural em aços, permitindo obter medidas de tamanho de grão, características dos contornos de grãos, orientação dos grãos e identificação de fases. Para solucionar esses problemas o método de identificação e quantificação dos microconstituintes ferríticos baseados nas características dos grãos tem sido utilizado. Zu *et al.* [7], Sherestha *et al* [10] e Zhao *et al.* [3] utilizaram esse método para identificar diferentes microconstituintes em aços microligados. O método se baseia em identificar os microconstituintes de acordo com a desorientação interna dos grãos, fator de forma e características de contorno dos grãos, uma vez que cada microconstituinte apresenta características específicas [3].

A ferrita poligonal (FP) é facilmente identificável quando observada no microscópio óptico [11]. Forma em altas temperaturas, em baixas taxas de resfriamento e tem morfologia equiaxial, nucleia nos contornos dos grãos austeníticos e tem baixa densidade de defeitos [12]. Já a ferrita acicular (FA) tem nucleação intragranular, as placas de ferrita acicular crescem em direções aleatórias formando um arranjo denominado caótico, proporcionando uma alta fração de contornos de alto ângulo que atuam como uma barreira à propagação de trincas. A FA se forma em temperaturas intermediárias (na faixa de temperatura entre a transformação de ferrita poligonal e bainita), em altas taxas de resfriamento e apresentam altas densidades de defeitos [4,13]. A ferrita acicular se tornou o microconstituinte mais desejável em aços microligados para a indústria de Petróleo & Gás [14], pois, promove o aumento de resistência mecânica, ductilidade [15,16] e resistência à fragilização por hidrogênio [15] quando comparada a microestruturas do tipo ferrita-perlita [17].

Esse trabalho teve como objetivo desenvolver um método para quantificação de fases em microestruturas complexas, utilizando um aço HTP, com alto (Nióbio) e baixo Mn (Manganês).

2. MATERIAL e MÉTODOS

2.1. Material

O material utilizado neste trabalho foi um aço microligado com alto nióbio e baixo manganês produzido utilizando o conceito HTP [18,19]. A composição química do aço é apresentada na Tabela 1.



Tabela 1. Composição química (wt%) do aço microligado HTP

С	Mn	Si	Nb	AI	Ν	Adições
0,039	0,54	0,21	0,09	0,029	0,005	Cu, Ni, Ti, Cr

2.2. Ciclos de resfriamento das amostras

Para obtenção das microestruturas com diferentes quantidades de ferrita poligonal e ferrita acicular, foram realizados ensaios de dilatometria. Os ensaios de dilatometria sem deformação foram realizados no dilatômetro de têmpera Bähr type 805 A/D para simular o resfriamento contínuo do aço HTP e avaliar a influência da taxa de resfriamento na formação de ferrita acicular. Amostras (com 4 mm de diâmetro e 10 mm de comprimento) foram austenitizadas à 950°C por 2 minutos e resfriadas até a temperatura ambiente nas taxas de 1, 5, 10 e 50°C/s em atmosfera inerte de hélio.

2.3. Preparação metalográfica

Após os ensaios de dilatometria as amostras foram preparadas para análise metalográfica seguindo a rota convencional de preparação de amostras. Foi realizado o corte, embutimento, lixamento com granulometria variando de 320 a 1500#, polimento com suspensão de diamante com granulometria de 1 e 3 µm. Para as análises no EBSD, após o polimento final, as amostras foram polidas com sílica coloidal por 30 minutos.

2.4. Microscopia Óptica

Para caracterização microestrutural as amostras foram embutidas na direção transversal à direção de laminação. As amostras foram caracterizadas utilizando os ataques colorantes Klemms I (1 g. de metabissulfito de potássio diluído em 50 mL de solução aquosa saturada de tiossulfato de sódio) e LePera (4 g. de ácido pícrico dissolvido em 100 mL de etanol misturado com uma solução aquosa de metabisulfito de potássio). O microscópio da Olympus, modelo BX51RF com software de imagem Stream Basic foi utilizado para realização destas análises metalográficas.

2.5. Microscopia Eletrônica de Varredura - EBSD

As amostras foram analisadas utilizando um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) modelo JEM 7100 FLV – da marca JEOL. O MEV está acoplado com detectores de EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) e de EBSD (modelo HKL Nordlys-Max) da Oxford. As medidas de EBSD foram feitas utilizando a tensão de aceleração de 20kV e com *step size* de 0,3µm, numa amostra inclinada à 70° em relação ao feixe de elétrons. O software utilizado para análises foi o Channel 5 da Oxford Instruments. Após o *scan*, os dados foram tratados no módulo Tango (*software* de tratamento de dados que permite plotar e medir vários tipos de mapas de EBSD, como, mapas de orientação cristalográfica, mapas de contorno de grãos, dentre outros) presente no *software* Channel 5 e no Origin.

2.5.1. Identificação de MA e Perlita

O BS (Band Slope) está relacionado com o padrão de difração das amostras, podendo ser utilizado para identificar algumas fases [7]. Esse critério já foi utilizado para identificar martensita, bainita e ferrita em aços por outros autores [8, 20]. O BS



separa uma região clara (ferrita) de uma escura (MA e/ou P), permitindo trabalhar apenas com grãos de ferrita, possibilitando a distinção dos diferentes microconstituintes ferríticos. O procedimento utilizado para determinar a fração de MA e/ou P foi proposto por Zhu *et al.*[7].

2.6. Filtragem de ruídos e definição dos grãos

Antes de identificar e quantificar os microconstituintes ferríticos foi preciso definir um ângulo crítico para a detecção dos grãos e definir uma área mínima de grão para eliminar os pontos sem indexar ou que indexaram incorretamente.

A redução de ruídos foi utilizada para corrigir e remover os pontos que estavam indexados incorretamente [21], o procedimento foi realizado em dois passos conforme descrito por Sherestha *et al.* [10]. Primeiro foram retirados os pontos sem indexar e em seguida os pontos indexados incorretamente.

2.7. Quantificação de fases utilizando o EBSD

Sherestha *et al*, [10] desenvolveram um método para quantificar a microestrutura ferrítica complexa, composta por ferrita poligonal, ferrita acicular e ferrita bainítica de três aços com diferentes teores de nióbio (sem Nb, 0,4 %Nb e 0,8 %Nb, em peso) utilizando o EBSD. Os autores se basearam no método de unidade dos grãos e adotaram critérios como fator de forma, ângulo de contorno de grão, desorientação média e tamanho de grão para identificar e quantificar ferrita poligonal, ferrita acicular e ferrita bainítica. Neste trabalho a técnica desenvolvida foi comparada com o método de contagem de pontos (método mais utilizado para quantificar microestruturas), e obteve-se uma diferença máxima de seis por cento na fração de área calculada.

Zhao *et al*, [10] desenvolveram um método para quantificar a microestrutura ferrítica complexa, composta por ferrita poligonal, ferrita acicular e ferrita bainítica de um aço microligado submetido a diferentes condições de resfriamento utilizando o EBSD. Os autores se basearam no método de unidade dos grãos e adotaram critérios como fator de forma, característica contorno de grão, desorientação média do grão e área do grão para identificar e quantificar ferrita poligonal, ferrita acicular e ferrita bainítica. Adotando esse procedimento os autores obtiveram erros pequenos quando comparados ao método de contagem por pontos.

Para as amostras analisadas foram obtidos os parâmetros de desorientação interna dos grãos e fator de forma, esses valores foram definidos como sendo únicos para todas as amostras. As análises foram realizadas observando os valores obtidos para todas as condições e foi observado que os valores eram bem próximos para todas as condições analisadas para identificação da ferrita poligonal.

2.7.1. Identificação e quantificação da ferrita poligonal

O primeiro critério utilizado para identificar a ferrita poligonal foi a desorientação interna dos grãos. O GOS (Grain Orientation Spread) foi adotado para determinar a desorientação interna dos grãos, o qual representa o desvio médio de orientação entre cada ponto do grão e a média de orientação dentro do grão [23]. Este critério já foi utilizado por ZHU *et al.* [7] associado a outros parâmetros para identificar e quantificar microconstituintes ferríticos. A FP e a FA apresentam valores de

73° Congresso Anual



desorientação interna dos grãos diferentes, uma vez que esses parâmetros estão relacionados com a densidade de defeitos no interior dos grãos.

Plotando a curva de distribuição do GOS foi possível determinar o GOS da ferrita poligonal. A curva de distribuição do GOS (Figura 1) apresenta um formato assimétrico, com isso, é possível afirmar que mais de um microconstituinte está influenciando na forma da curva. Sabendo disso, a deconvolução dos picos foi realizada, como a FP apresenta menor GOS quando comparado com a FA, o pico de menor intensidade se refere à FP. Para determinar o GOS a amostra resfriada à 10°C/s foi utilizada.



Figura 1. Curva de distribuição do GOS e sua deconvolução para o aço HTP, taxa de resfriamento de 10ºC/s.

O segundo critério utilizado para identificar e quantificar a ferrita poligonal foi o fator de forma, que é a relação entre o comprimento e a largura de um grão [22]. Bhadeshia [13] afirma que a ferrita acicular tem fator de forma maior que 3, devido ao seu formato ripado. Wu [22] afirma que a ferrita acicular apresenta fator de forma maior que 2, sendo que este autor estudou a morfologia da ferrita acicular em três dimensões e afirma que a maioria dos grãos estudados por ele apresentam fator de forma de aproximadamente 10. A ferrita poligonal por sua vez, por ser equiaxial [12], quando comparada à ferrita acicular apresenta fator de forma baixo, menor que o da FA [3, 10].

Plotando a curva de distribuição do fator de forma foi possível determinar o fator de forma para a FP. A curva de distribuição do fator de forma apresenta um formato assimétrico, com isso, é possível afirmar que tem mais de um microconstituinte influenciando na forma da curva. Sabendo disso foi possível fazer a deconvolução dos picos e, como a FP apresenta menor fator de forma quando comparado com a FA, o pico de menor intensidade se refere à FP (figura 2). Para determinar o fator de forma na condição a amostra resfriada à 10°C/s foi utilizada.





Figura 2. Curva de distribuição do fator de forma e sua deconvolução para o aço HTP para a taxa de resfriamento de 10°C/s.

2.7.2. Identificação e quantificação da ferrita acicular

Após identificar e quantificar MA e P utilizando o BS e a FP utilizando a desorientação interna dos grãos e o fator de forma, o que sobra na microestrutura é FA.

3. RESULTADOS

3.1. Microscopia Óptica

A Figura mostra micrografias do aço HTP resfriado à 10°C/s com os ataques colorantes Klemm's I e LePera. Na Figura (a) é possível observar o ataque colorante utilizando o reagente Klemms, o reagente colore a ferrita de azul, os constituintes MA e perlita permanecem brancos (setas pretas), por não serem atacados. Nessa amostra foi possível observar que a microestrutura é composta de ferrita com algumas ilhas de MA (regiões brancas- setas pretas) entre os grãos ferríticos. Já a Figura (b) representa o ataque colorante com o reagente LePera, nesse tipo de ataque a ferrita permanece na cor laranja, a perlita e/ou bainita aparece com a coloração escura (setas pretas) e o MA aparece branco. Nessa amostra é possível observar colônias de perlita (regiões escuras- setas pretas) ao longo da microestrutura. Observando a micrografia do aço HTP atacado com LePera foi possível afirmar que a análise foi inconclusiva, pois os padrões de cores esperados não foram observados após várias tentativas de ataque nas amostras.



Figura 3. Imagens de microscopia óptica das amostras do aço HTP na condição sem deformação resfriado à 10°C/s, ataque colorante (a) Klemm's I, as setas pretas indicam ilhas de MA e (b) LePera, as setas pretas indicam perlita.

3.2. Identificação e quantificação de MA e/ou P- EBSD

A quantificação foi realizada utilizando o BS, a Tabela 2, apresenta os valores de BS utilizados para determinar a fração de FP e

Tabela 2. Valores de BS para o aço HTP em todas as condições analisadas.

Condição	Valor de BS		
Sem def. resfriamento de 1°C/s	80		
Sem def. resfriamento de 5°C/s	110		
Sem def. resfriamento de 10°C/s	90		
Sem def. resfriamento de 50°C/s	110		

3.3. Definição dos parâmetros para identificação das fases por EBSD

3.3.1. Filtragem de ruídos e definição dos grãos

Antes de começar a identificação e a quantificação das fases foi definido o valor de 5° para detectar os grãos, ou seja, se a desorientação de um pixel em relação a outro pixel for superior a 5°, esse pixel será considerado como sendo uma fronteira de grão.

3.3.2. Identificação e quantificação da FP

Após definir os grãos e filtrar os ruídos, o primeiro passo para identificar a ferrita poligonal foi determinar o valor do GOS, a deconvolução dos picos foi realizada e o valor obtidos foi de 0,4.

Depois de definir o valor do GOS a deconvolução dos picos foi feita na curva de distribuição do fator de forma e o valor obtido foi de 2.

3.4. Quantificação das fases



Após identificar a fração de MA e/ ou P e a fração de FP, o que sobrou na microestrutura foi FA, a tabela 3 mostra a fração das diferentes fases e microconstituintes obtidos após as diferentes condições resfriamento.

Taxa de	I			
restriamento [°C/s]	MA + P	MA	FP	FA
1	1	-	97	2
5	2	-	87	11
10	2	-	84	14
50	-	6	54	40

Tabela 3. Fração dos microconstituíntes do aço HTP para diferentes condições de resfriamento sem deformação.

4. DISCUSSÕES

Os ataques colorantes permitem identificar os microconstituintes em aços com microestrutura complexa [9], exceto o reagente LePera utilizado nesse trabalho, para o aço HTP em estudo. O reagente Klemm's I permitiu identificar MA, colorindo esse microconstituinte de branco [9, 10]. Ataques colorantes não são suficientes para revelar uma microestrutura com detalhes, pois as análises são realizadas em microscópios ópticos e, estes não têm resolução espacial suficiente. Além disso, as fases não apresentam um aspecto único, variando de amostra para amostra [9]. A utilização de técnicas de metalografia quantitativa por meio de técnicas manuais (contagem de pontos e métodos dos interceptos) se baseiam na classificação das cores na escala de cinza [24]. Caso dois grãos de uma mesma fase, um com uma cor mais clara e outro com uma cor mais escura, podem ser confundidos erroneamente como grãos de fases diferentes, uma vez que, esses grãos coloridos serão convertidos para uma escala de cinza e, um aparecerá cinza claro e o outro cinza escuro.

A identificação de fases começa com a detecção dos grãos, Zhu *et al.* [7] usaram o valor de 2º para detectar os grãos, esse valor foi utilizado para detectar ripas de martensita e bainita, pois, os autores afirmaram que valores maiores poderiam fazer com que esses microconstituintes fossem incorretamente identificados como ferrita. Sherestha *et al.* [3,10] adotaram o valor de 5º para detectar os grãos e separar ferrita poligonal, ferrita acicular e ferrita bainítica. Os valores mais utilizados para detecção dos grãos variam de 5 à 10º [8], caso o valor de detecção dos grãos seja baixo, erros podem ser gerados na análise como a diminuição da desorientação interna dos grãos e a diminuição do tamanho dos grãos [3].

A desorientação interna dos grãos varia de acordo com a condição de processamento do material, em amostras sem deformação a desorientação interna dos grãos para a ferrita poligonal é baixa [7], essa característica também foi observada nas amostras, que apresentaram um valor baixo de desorientação interna dos grãos para a ferrita poligonal.

O fator de forma para a ferrita poligonal é baixo quando comparada a outros microconstituintes [3, 10]. Foram obtidos valores de 2 [3], 2,3 [10] e 2,5 [7] de fator de forma para a ferrita poligonal, com isso, o valor de 2 obtido na curva de distribuição do fator de forma para FP (Figura 3), está de acordo com os valores obtidos na literatura.



Em taxas de resfriamento lentas a microestrutura consiste de FP e P na condição sem deformação [25]. A tabela 3 mostra que a fração de ferrita poligonal diminui com o aumento da taxa de resfriamento enquanto a fração de ferrita acicular aumenta.

5 CONCLUSÕES

Foi possível definir um método de quantificação de MA, FP e FA no aço microligado HTP com alto Nb e baixo Mn. As medições foram realizadas utilizando o método definido.

Agradecimentos: Os autores agradecem a CBMM e a Gerdau Ouro Branco por fornecerem o material e pelo suporte técnico para o desenvolvimento deste estudo. Raphael V F Tomaz agradece o Instituto SENAI de Inovação em Metalurgia e Ligas Especiais, local onde este estudo foi realizado. Raphael V F Tomaz e Fernando G S Araújo também agradecem a Redemat e a CAPES pelo mestrado e pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1. ZHAO MC, et al. Continuous cooling transformation of undeformed and deformed low carbon pipeline steels. Mater Sci Eng A. 2003; 355(1):126–136.
- COMPANHIA BRASILEIRA DE METALURGIA E MINERAÇÃO- CBMM. The birth and evolution of HTP (High Temperature Processed) linepipe steels. 2017; 8p.
- 3. ZHAO H, et al. A phase quantification method based on EBSD data for a continuously cooled microalloyed steel. Materials Characterization. 2017; 123:339-348.
- 4. BHADESHIA HKDH, HONEYCOMBE RW. Steels: Microstructure and Properties. 3rd ed.;2006.
- 5. THEWLIS G. Classification and quantification of microstructures in steels. Materials Science And Technology. 2004; 20(2):143-160.
- 6. WU J, et al. Image Quality Analysis: A New Method of Characterizing Microstructures. ISIJ International. 2004;45(2):254-262.
- 7. ZHU K, et al. Characterization and quantification methods of complex BCC matrix microstructures in advanced high strength steels. Journal Of Materials Science. 2012;48(1):413-423.
- 8. KANG J, et al. Phase Analysis of Steels by Grain-averaged EBSD Functions. ISIJ International. 2011:51(1):130-136.
- 9. ZAEFFERER S, et al. EBSD as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low-alloyed AI-TRIP steels. Journal Of Microscopy. 2008;230(3):499-508.
- 10. SHRESTHA SL, et al. An automated method of quantifying ferrite microstructures using electron backscatter diffraction (EBSD) data. Ultramicroscopy. 2014; 137:40-47.
- 11. KRAUSS G, THOMPSON SW. Ferritic Microstructures in Continuously Cooled Low- and Ultralow-carbon Steels. ISIJ International. 1995;35(8).
- 12. SUIKKANEN P. Development and Processing of Low Carbon Bainitic Steels. (Tese). Linnanmaa: Faculdade de Tecnologia da Universidade de Oulu; 2009.
- 13. BHADESHIA HKDH. Bainite in Steels- Transformations, Microstructure and Properties. 2nd ed; 2001.



- 14. GRIMPE F, et al. Development, production and application of heavy plates in grades up to X120. In: 1st international conference Super-High Strength Steels. Rome;2005. P. 2–4.
- 15. WANG W, SHAN Y, YANG K. Study of high strength pipeline steels with different microstructures. Materials Science And Engineering: A. 2009;502(1-2):38-44.
- LAN L, et al. Phase transformation, microstructure, and mechanical properties of X100 pipeline steels based on TMCP and HTP concepts. J Mater Sci. 2017;52(3):1661–1678.
- 17. PARK GT, et al. Effect of microstructure on the hydrogen trapping efficiency and hydrogen induced cracking of linepipe steel. Corrosion Science.2008; 50(7).
- HULKA K, GRAY JM. High Temperature Processing of Line Pipe Steels. Proceedings of the International Symposium Niobium; Dez. 2-5, 2001; Flórida. 2001, 26p.
- 19. STALHEIM DG. The Use of High Temperature Processing (HTP) Steel for High Strength Oil and Gas Transmission Pipeline Applications. Proceedings of the Joint International Conference of HSLA Steels; Nov., 2005; Sanya. 2005, 6p.
- 20. RYDE L. Application of EBSD to analysis of microstructures in commercial steels. Materials Science And Technology 2006;22(11):1297-1306.
- 21. MINGARD KP, et al. Grain size measurement by EBSD in complex hot deformed metal alloy microstructures. Journal Of Microscopy. 2007;227(3):298-308.
- 22. WU KM. Three-dimensional analysis of acicular ferrite in a low-carbon steel containing titanium. Scripta Materialia. 2006;54(4):569-574.
- 23. WRIGHT SI, et al. A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction. Microscopy And Microanalysis. 2011;17(3):316-329.
- 24. HASHIMOTO TM, et al. Caracterização Microestrutural de Aços Multifásicos por Técnica de Tríplice 114 Ataque.In:CBECIMat-Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais; 2006; Foz do Iguaçu.
- 25. SHANMUGAM S, et al. Effect of cooling rate on the microstructure and mechanical properties on Nb- microalloyed steels. Materials Science and Engineering: A. 2007;460-461:460-461:335-343.