Metodologias de caracterização por EBSD utilizadas para cálculo de mecanismos de endurecimento e otimização de processamento termomecânico controlado – uma revisão

Geraldo Lúcio de Faria^{1*} ¹⁰ Rodrigo Rangel Porcaro¹ ¹⁰ Leonardo Barbosa Godefroid¹ ¹⁰ Luiz Cláudio Cândido¹ ¹⁰ Ricardo José de Faria² ¹⁰

Resumo

A técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) tem se consolidado como uma ferramenta essencial para a caracterização microestrutural de aços de alta resistência mecânica processados por laminação termomecânica controlada. Este artigo de revisão discute metodologias baseadas na utilização desta técnica para a predição e quantificação de mecanismos de endurecimento, incluindo solução sólida (modelo matemático), refino de grão, densidade de discordâncias e precipitação. A literatura mostra que as análises por EBSD permitem estimar com boa precisão a influência da composição química e dos parâmetros de processamento sobre a evolução microestrutural e as propriedades mecânicas. Além disso, as equações reportadas na literatura possibilitam estimar a contribuição individual de cada mecanismo de endurecimento, fornecendo uma abordagem mais detalhada para otimização de processos industriais. A compreensão dessas interações é fundamental para o desenvolvimento de aços avançados, permitindo ajustar rotas de processamento e composições químicas para atender a requisitos específicos de desempenho. Conclui-se que a técnica de EBSD tem desempenhado um papel importante no planejamento de processamento termomecânico controlado de aços, com foco sobre a evolução microestrutural e de propriedades mecânicas, se tornando ferramenta indispensável para o avanço da metalurgia dos aços de alta resistência mecânica.

Palavras-chave: Aços de elevada resistência mecânica; Laminação termomecânica; Caracterização microestrutural; EBSD; Predição de mecanismos de endurecimento.

EBSD characterization methods to calculate hardening mechanisms and optimize thermomechanical control processing – a review

Abstract

Electron backscatter diffraction (EBSD) has become an essential tool for the microstructural characterization of highstrength steels processed through thermomechanical controlled rolling. This review paper discusses EBSD-based methodologies for predicting and quantifying hardening mechanisms, including solid solution strengthening (mathematical modeling approach), grain refinement, dislocation density, and precipitation. The literature indicates that EBSD analyses provide reliable estimations of the effects of chemical composition and processing parameters on microstructural evolution and mechanical properties. Additionally, reported equations enable the individual quantification of each strengthening mechanism, offering a more detailed approach for optimizing industrial processes. Understanding these interactions is crucial for the development of advanced steels, allowing for the adjustment of processing routes and chemical compositions to meet specific performance requirements. It is concluded that EBSD plays a key role in the design of thermomechanical processing strategies, focusing on microstructural evolution and mechanical property optimization, making it an indispensable tool for advancing the metallurgy of high-strength steels.

Keywords: High strength steel; Thermomechanical processing; Microstructural characterization; EBSD; Hardening mechanisms prediction.

*Autor correspondente: geraldofaria@ufop.edu.br

E-mails: rodrigo.porcaro@ufop.edu.br; leonardo@ufop.edu.br; candido@ufop.edu.br; ricardo.faria1@gerdau.com.br



2176-1523 © 2025. Faria et al. Publicado pela ABM. Este é um artigo publicado em acesso aberto (Open Access) sob a licença Creative Commons Attribution (https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/), que permite uso, distribuição e reprodução em qualquer meio, sem restrições desde que o trabalho original seja corretamente citado.

¹Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, DEMET, Universidade Federal de Ouro Preto, UFOP, Ouro Preto, MG, Brasil. ²Gerdau Açominas, Ouro Branco, MG, Brasil.

1 Introdução

O desenvolvimento de aços de alta resistência mecânica e boa soldabilidade é uma necessidade crescente na indústria siderúrgica, especialmente diante das exigências modernas por materiais que combinem bom desempenho mecânico, elevada tenacidade e baixo peso. Em um contexto em que as estruturas demandam características cada vez mais rigorosas, o processamento termomecânico controlado tem se tornado essencial, exigindo um refinamento contínuo de parâmetros e técnicas de caracterização para atender a esses requisitos [1-13].

Uma publicação recente [1], explorou a influência da composição química e de diferentes rotas de laminação termomecânica na evolução microestrutural de chapas de aço API 5L X80, mostrando tendências atuais, demonstrando ainda como a otimização desse processo tem grande potencial para melhorar a relação entre resistência mecânica e a tenacidade dos aços. Este novo artigo avança essa linha de pesquisa, focando na aplicação da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD), que tem se consolidado como uma ferramenta poderosa para a predição e quantificação de mecanismos de endurecimento ativados na laminação termomecânica controlada [2-13].

O uso do EBSD permite identificar e quantificar densidade de discordâncias, assim como a fração de contornos de baixo e alto ângulo; aspectos cruciais para a definição de rotas de processamento eficientes. Com o avanço das metodologias que empregam resultados de EBSD, tem-se tornado possível otimizar os mecanismos de endurecimento em diferentes estágios do processamento termomecânico, proporcionando inovações importantes, economizando tempo e recursos no desenvolvimento de novos aços [2-19].

Este artigo de revisão busca explorar as metodologias baseadas na utilização de EBSD para a predição e otimização dos mecanismos de endurecimento, enfatizando sua relevância no contexto atual. Esta abordagem justifica e motiva a produção deste trabalho como material de consulta para pesquisadores e engenheiros que atuam na área.

2 Laminação termomecânica e mecanismos de endurecimento

O processamento termomecânico controlado é um método fundamental para a fabricação de aços de alta resistência mecânica, permitindo o controle preciso da microestrutura e, consequentemente, das propriedades dos materiais. Esse processo envolve a combinação de deformação plástica a quente e resfriamentos controlados específicos para se atingir as características desejadas, como elevada resistência mecânica e boa tenacidade. Faria *et al.* [1], explorou as últimas décadas de evolução destes conceitos para o desenvolvimento de aços avançados como o API 5L X80.

Em linhas gerais, durante a laminação termomecânica, diferentes mecanismos de endurecimento são ativados

em distintas etapas do processo (Figura 1), sendo os mais relevantes: i) Endurecimento por Solução Sólida: elementos de liga, como Mn, Si, Ni e Cr, dissolvidos na matriz ferrítica, aumentam a resistência mecânica do material. Esse mecanismo é ativado durante as etapas de austenitização e de resfriamento controlado, onde a solubilidade dos elementos de liga em função da temperatura e a taxa de resfriamento determinam a distribuição e a concentração deles na microestrutura. ii) Refino de Grão: este mecanismo ocorre devido a uma combinação bem-sucedida das etapas de laminação de desbaste, laminação de acabamento e resfriamento acelerado. O controle da recristalização dos grãos austeníticos na etapa de desbaste assim como a combinação do acúmulo de deformação na austenita durante o acabamento e a aplicação de adequada velocidade de resfriamento são fundamentais para se alcançar o máximo refino microestrutural possível. A formação de grãos pequenos aumenta a resistência mecânica do material e melhora a sua tenacidade. iii) Precipitação: o endurecimento por precipitação ocorre quando partículas finas, como carbonetos e nitretos, são formadas durante o processamento do material.

Essas partículas dificultam o movimento das discordâncias, contribuindo significativamente para o aumento da resistência mecânica. iv) Endurecimento por Aumento de Densidade de Discordâncias: durante o processamento, a densidade de discordâncias no material aumenta, o que contribui para o endurecimento. Este mecanismo é influenciado pela temperatura e pela taxa de deformação aplicada durante a laminação, assim como pela taxa de resfriamento final, sendo essencial para otimizar a resistência mecânica final do aço [1-3,20-23].

Compreender as relações entre os parâmetros de processamento e os mecanismos de endurecimento ativos no material produzido é fundamental para o desenvolvimento de aços avançados. Essa compreensão permite correlacionar as condições de laminação, como temperaturas, deformações e taxa de resfriamento aos mecanismos de endurecimento que atuam na microestrutura final. Quando essas relações são bem caracterizadas e estabelecidas, o processo de laminação/ resfriamento pode ser ajustado de forma a potencializar um mecanismo específico, dependendo das propriedades desejadas para o material. Dessa maneira, é possível otimizar o processo de produção, aumentando a eficiência e garantindo que os aços produzidos atendam aos rigorosos requisitos de desempenho mecânico exigidos nas aplicações modernas.

3 Metodologias de caracterização por EBSD para predição de mecanismos de endurecimento

A literatura técnica vem apontando que a caracterização microestrutural de produtos termomecanicamente laminados por meio da técnica de EBSD tem se tornando uma poderosa ferramenta para melhor se compreender efeitos de composição química e de rotas de processamento sobre a evolução microestrutural do material e, consequentemente, sobre as suas Metodologias de caracterização por EBSD utilizadas para cálculo de mecanismos de endurecimento e otimização de processamento termomecânico controlado - uma revisão



Figura 1. Fluxograma "espinha de peixe" correlacionando algumas etapas do processo de laminação termomecânica controlada com os principais mecanismos de endurecimento ativos.

propriedades mecânicas [2-19]. Aspectos muito relevantes, como densidade de discordâncias, fração de contornos de baixo e alto ângulo, tamanho dos cristais com contornos de baixo e alto ângulo, que não podem ser caracterizados por técnicas de imagem convencionais de microscopia óptica e eletrônica de varredura, vêm sendo estimadas de forma satisfatória por meio de EBSD, possibilitando que a relação processo-microestrutura-propriedades seja melhor compreendida [2-12].

Segundo Isasti et al. [8], um dos indicadores de propriedades mecânicas de grande relevância para a especificação de aços microligados de elevada resistência mecânica é o limite de escoamento em tração. Este parâmetro é definido em função da atuação de diferentes mecanismos de endurecimento, como refino microestrutural (aumento da densidade de contornos de grão), solução sólida, precipitação e aumento da densidade de discordâncias.

Segundo os autores, nestes aços, a microestrutura final após a laminação e resfriamento acelerado mais propícia para se aumentar a contribuição de todos estes mecanismos visando a obtenção de graus superiores é aquela constituída por menores frações de ferrita poligonal e maiores frações de ferrita não-poligonal e estruturas bainíticas. Neste contexto, estes autores e outros [1-12,17-23] destacam que, na atualidade, aços microligados ao Nb com adição de Mo são os mais promissores visando se obter simultaneamente elevada resistência mecânica e boa tenacidade ao impacto (baixa temperatura de transição dúctil-frágil).

Neste cenário onde microestruturas majoritariamente formadas por diferentes morfologias de ferrita não-poligonal

e estruturas bainíticas são desejáveis, a caracterização microestrutural mais aprofundada dos produtos laminados passou a ser de grande relevância para melhor se descrever estas características a nível de classificação de fases e constituintes, assim como melhor compreender as contribuições dos diversos mecanismos de endurecimento atuantes no produto. Assim sendo, como já apresentado anteriormente, Isasti et al. [8] e outros autores [1-7,9-12,17-23] afirmam e destacam que a utilização da técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) tem se consolidado e ganhado cada vez mais destaque como técnica de caracterização de fundamental importância. Segundo eles [1-12,17-23], a quantificação do tamanho médio das unidades cristalográficas, da natureza dos contornos de grão, assim como das descontinuidades de baixo ângulo de desorientação cristalográfica pode ser feita por EBSD e permite que as contribuições de cada mecanismo de endurecimento possam ser quantificadas. Para isso, é necessário assumir critérios recentemente utilizados em alguns estudos [2-12]: 1) contornos com ângulo de desorientação cristalográfica menor que 2° (0<2°) contribuem para o mecanismo de endurecimento por densidade de discordâncias; 2) ângulos de desorientação maiores que 2° $(\theta > 2^{\circ})$ são efetivos para serem considerados indicadores do mecanismo de endurecimento por refino microestrutural, ou seja, endurecimento associado ao tamanho de grão médio dos cristais. Além disso, os contornos com desorientação entre 2° e 15° (2°< θ <15°) são tratados como contornos de baixo ângulo e aqueles com desorientação maior que 15° (θ >15°) são considerados contornos de alto ângulo. Segundo Iza-Mendia e Gutiérrez [14], considerando estas definições,

pode-se afirmar que os contornos de baixo ângulo podem ser relacionados ao aumento de resistência mecânica do material devido a sua característica de restringir a mobilidade das discordâncias, enquanto os contornos de alto ângulo restringem o crescimento de trincas (clivagem).

Segundo diversos autores [2-12,17-23], o limite de escoamento de aços baixo carbono e microligados pode ser matematicamente expresso por uma função que considera diversas contribuições, como ilustra a Equação 1, onde σ_0 é a tensão de fricção da rede, σ_{ss} é a contribuição do endurecimento por solução sólida, σ_{ρ} é a contribuição da densidade de discordâncias, σ_{gs} é a contribuição do tamanho de grão, σ_{ppt} é a contribuição da precipitação e σ_{MA} é a contribuição da presença de constituinte MA (martensita-austenita retida). Diversas equações já foram propostas para a função apresentada na Equação 1, porém, ao se comparar os dados experimentais obtidos, Isasti et al. [8] verificaram que a equação mais adequada para aços baixo carbono bainíticos foi aquela proposta por Yakubtsov et al. [15] (Equação 2).

$$\sigma_y = f(\sigma_0, \sigma_{ss}, \sigma_\rho, \sigma_{gs}, \sigma_{ppt}, \sigma_{MA}) \tag{1}$$

$$\sigma_y = \left(\left(\sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_{ppt} + \sigma_{MA} \right)^2 + \sigma_\rho^2 + \sigma_{gs}^2 \right)^{0.5}$$
(2)

Com o objetivo de se calcular todas as componentes de endurecimento, os dados de ensaios de tração, análises por EBSD e a Equação 2 devem ser utilizados de forma concomitante com outras equações já propostas na literatura.

Uma importante relação que deve ser considerada, por exemplo, é a Equação 3, proposta por Pickering e Gladman [24] para se determinar a contribuição de endurecimento por solução sólida para aços baixo carbono. Nesta equação, o valor de σ_0 usualmente utilizado é 53,9 MPa e as concentrações dos elementos devem ser introduzidas em porcentagem em peso. Diversas equações também já foram propostas para se calcular a contribuição relacionada ao tamanho de grão. Segundo Isasti et al. [8] e Abreu et al. [2], aquela mais adequada para produtos bainíticos microligados ao Nb com adição de Mo seria a Equação 4, proposta por Iza Mendia e Guitiérrez [14], pois ela considera que a contribuição de cada contorno, ou sub-contorno, depende do seu ângulo de desorientação cristalográfica (informação medida por EBSD). Nesta equação, assume-se que cada tipo de contorno (diferentes faixas de desorientação) contribui como uma função de sua fração. A primeira parcela da Equação 4 corresponde à contribuição dos contornos de baixo ângulo (restrição à mobilidade de discordâncias) e a segunda à contribuição dos contornos de alto ângulo (restrições ao crescimento de trincas). Ainda na Equação 4, α é uma constante (0,3), M é o fator médio de Taylor (3), μ é o módulo de cisalhamento (8x10⁴ MPa) e b é a magnitude do vetor de Burgers (b=2,5x10⁻⁷ mm). Os parâmetros θ_i e f_i são o ângulo de desorientação médio (em radianos) no intervalo i e a frequência relativa, respectivamente. O parâmetro d_a é o diâmetro equivalente médio (MED - mean equivalente diameter) considerando o critério do ângulo limite (threshold *angle*) de 2°. Os parâmetros θ_{12} , f₁ e d₂₀ são medidos por EBSD.

A Figura 2(a) apresenta um exemplo de distribuição de frequências de ângulos de desorientação medidos para amostras de um aço com 0,05% de carbono, microligado ao Nb, com adições de 0,31% de Mo e 1,57% de Mn submetidas a resfriamentos interrompidos em diferentes temperaturas (650 °C, 550 °C e 450 °C). A Figura 2(b) apresenta, para o mesmo aço, o efeito da temperatura de interrupção do resfriamento acelerado sobre o d_{2° . A Figura 3 apresenta, a título de exemplificação, uma comparação entre mapas de desorientação cristalográfica obtidos por EBSD para o



Figura 2. (a) Efeito da temperatura de interrupção de resfriamento acelerado sobre a distribuição de ângulos de desorientação cristalográfica e (b) do parâmetro d2° para um aço baixo carbono microligado ao Nb com adições de Mo e Mn. Adaptado de [8].

Metodologias de caracterização por EBSD utilizadas para cálculo de mecanismos de endurecimento e otimização de processamento termomecânico controlado – uma revisão



Figura 3. Mapas de desorientação cristalográfica considerando interfaces com desorientação maior do que 2° (linhas vermelhas: $2^{\circ} < \theta < 15^{\circ}$; linhas pretas: $\theta > 15^{\circ}$) para aços baixo carbono microligados ao Nb, (a) com adição de Mo (3NbMo31) e (b) sem adição de Mo (3NbMo0), laminados e resfriados de forma acelerada até 500 °C. Adaptado de [9].

mesmo aço citado anteriormente, denominado 3NbMo31, e para um com a mesma composição química de base, porém sem adição de Mo (3NbMo0). Os dois laminados e resfriados até a temperatura de 550 °C. A partir de dados como os apresentados nas Figuras 2 e 3, os parâmetros θ_i , f_i e d_{2°} podem ser determinados. Neste trabalho [8], por meio da utilização deste tipo de caracterização, os autores mostraram quantitativamente que a diminuição da temperatura de interrupção do resfriamento acelerado em um processo de laminação termomecânica controlado levou a uma significativa diminuição de d_{2°}. Desta forma há um aumento da contribuição do mecanismo de refino de grão (Hall-Petch).

$$\sigma_{ss} = \sigma_0 + 32, 3Mn + 83, 2Si + 11Mo + 354 (N_{livre})^{0,5}$$
(3)

$$\sigma_{gs} = 1,05\alpha M \mu \sqrt{b} \left[\sum_{2^{\circ} \le \theta_i \le 15^{\circ}} \left(f_i \sqrt{\theta_i} \right) + \sqrt{\frac{\pi}{10}} \sum_{\theta_i \ge 15^{\circ}} \left(f_i \right) \right] d_{2^{\circ}}^{-0.5}$$
(4)

A contribuição relativa à densidade de discordâncias pode ser expressa por meio da Equação 5, onde α é uma constante e M é o fator de Taylor (α .M=0,38 para estruturas cúbicas de corpo centrado). O parâmetro μ é o módulo de cisalhamento ($8x10^4$ MPa) e b é a magnitude do vetor de Burgers (b=2,5x10⁻⁷ mm). Finalmente, ρ é a densidade de discordâncias. Kubin e Mortensen [16] propuseram um modelo para se calcular a densidade de discordâncias (ρ) a partir de dados de *Kernel average misorientation* (Mapas de KAM) obtidos por EBSD (Equação 6). Na Equação 6, u é a unidade de comprimento (1,86 vezes o *step size* utilizado na análise de EBSD) e b é vetor de Burgers. O parâmetro *9* é o valor médio de desorientação de Kernel (*Kernel average*

Tecnol Metal Mater Min., São Paulo, 2025;22:e3228

misorientation - KAM). Para a determinação de ϑ e, portanto, da contribuição relativa à densidade de discordâncias, como já comentado anteriormente, os valores de $\theta < 2^\circ$ devem ser considerados.

$$\sigma_{\rho} = \alpha M \,\mu b \sqrt{\rho} \tag{5}$$

$$o = \frac{29}{ub} \tag{6}$$

A Figura 4 apresenta exemplos de dados de EBSD que foram utilizados para a construção de mapas de KAM em duas amostras de um aço baixo carbono microligado ao Nb e ao Ti, submetidas à mesma rota de processamento termomecânico controlado até a etapa de resfriamento acelerado. A Figura 4(a) ilustra, por meio de uma escala de cores, a distribuição de desorientação cristalográfica considerando ângulos inferiores a 2°. Os valores de \mathcal{G} são apresentados. Desta forma, os autores [3] mostraram que quanto menor a temperatura de interrupção do resfriamento acelerado, maior o valor de \mathcal{G} e, portanto, maior a contribuição do mecanismo de endurecimento por densidade de discordâncias.

A Equação 7 foi proposta por Bush e Kelly [17] para a determinação da contribuição da fração de constituinte MA sobre o limite de escoamento de aços. Nesta equação, f_{MA} é a fração volumétrica de ilhas de constituinte MA que pode ser facilmente medida por microscopia óptica ou eletrônica de varredura por meio da utilização dos reativos LePera ou Klemm. A Equação 8 diz respeito ao clássico modelo de Ashby-Orowan que permite calcular a contribuição da precipitação sobre o limite de escoamento do material. Nesta equação, f_v é a fração volumétrica de precipitados e x é o diâmetro médio dos precipitados medido por meio do método dos interceptos planar (em µm). A fração e o diâmetro



Figura 4. Distribuição de desorientação cristalográfica considerando ângulos inferiores a 2° para duas amostras de um aço baixo carbono microligado ao Nb e ao Ti, submetidas à mesma rota de processamento termomecânico controlado até a etapa de resfriamento acelerado, porém com diferentes temperaturas de interrupção (a) 575 °C e (b) 675 °C. Adaptado de [3].

médio dos precipitados podem ser medidos por diferentes técnicas experimentais como, por exemplo, análise EDS de varredura em MEV-FEG, ou por microscopia eletrônica de transmissão. No entanto, a literatura destaca que ainda hoje, as técnicas disponíveis possuem muitas limitações para se medir com precisão estes parâmetros. Assim sendo, entre todas as componentes dos mecanismos de endurecimento, a componente de endurecimento por precipitação é a mais susceptível a erros. Desta forma, alguns autores [2-12] não a determinam por meio da Equação 8, mas sim por meio da Equação 2.

Como o limite de escoamento (σ_y) real do material é facilmente medido por tração, alguns autores [2-12], atualmente, calculam as componentes de endurecimento por solução sólida (Equação 3), por refino microestrutural (Equação 4), por densidade de discordâncias (Equações 5 e 6), por fração de constituinte MA (Equação 7) e substituem todos estes valores na Equação 2. Desta forma, a única variável a ser determinada será a componente de endurecimento por precipitação.

$$\sigma_{MA} = 900.f_{MA} \tag{7}$$

$$\sigma_{ppt} = 10.8 \frac{f_v^{0.5}}{x} ln \left(\frac{x}{6,125x10^{-4}}\right)$$
(8)

A Figura 5 apresenta um exemplo, onde autores [2], ao empregarem a metodologia aqui descrita, conseguiram otimizar o processamento termomecânico de chapas grossas de aço API 5L X80. Na referida figura, é feito um comparativo



Figura 5. Diferentes contribuições de mecanismos de endurecimento atuando em chapa grossa de aço API 5L X80 submetido a (a) maiores e (b) menores deformações acumuladas na austenita e temperaturas de final de laminação de acabamento. Adaptado de [2].

entre duas rotas de fabricação onde a principal diferença está na deformação acumulada na austenita durante a laminação de acabamento e na temperatura final do referido estágio. Na condição (a) a menor deformação acumulada na austenita e a maior temperatura de final de laminação favoreceram a obtenção de uma microestrutura completamente bainítica, enquanto no cenário (b) uma maior deformação da austenita até menores temperaturas, favoreceu a formação de uma estrutura mista, constituída por bainita e significativa fração de ferrita poligonal. Os dados apresentados na Figura 5 refletem os mecanismos de endurecimento atuantes nas suas microestruturas. O material completamente bainítico apresentou maiores contribuições associadas aos mecanismos de refino microestrutural e precipitação quando comparado ao com microestrutura mista [2].

Buscando propor uma equação de previsibilidade para a temperatura de transição dúctil-frágil baseada nas características microestruturais de aços de alta resistência mecânica processados por laminação termomecânica, Isasti et al. [9] perceberam que seria necessário considerar os seguintes efeitos: composição química do aço, fração de perlita (considerando que esta deteriora a tenacidade), fração e tamanho das ilhas de constituinte M-A, tamanho médio dos cristais com contornos de alto ângulo (D_{15°}) e um fator quantitativo de heterogeneidade microestrutural.

Em relação à composição química, sabe-se que elementos que usualmente influenciam fortemente na temperatura de transição dúctil-frágil (DBTT) são Mn e Si, portanto a porcentagem em peso destes elementos foi considerada. A concentração de N livre também foi considerada, pois, ele pode formar precipitados grosseiros no processo de fabricação do aço, o que também influencia na temperatura de transição. Quando existentes, as frações de perlita e de martensita foram consideradas, pois ambos constituintes contribuem para o aumento da DBTT. Como já mencionado, o tamanho médio dos cristais com contornos de alto ângulo também influencia e foi considerado.

Um parâmetro denominado $\Delta \sigma_y$ foi proposto. Este parâmetro corresponde ao aumento do limite de escoamento devido ao somatório das contribuições dos mecanismos de endurecimento por precipitação e por densidade de discordâncias, pois, espera-se que quanto maiores estas contribuições, menor será a tenacidade do material e a DBTT tenderá a subir [9]. Um parâmetro $Dc_{20\%}/D_{15^\circ}$ foi proposto para ser um indicador quantitativo da heterogeneidade microestrutural em relação ao tamanho de grão dos cristais. O parâmetro Dc_{20%} é denominado tamanho de grão crítico. Ele representa um tamanho de grão de corte em 80% no gráfico de fração de área acumulada versus tamanho de grão [9]. Estes parâmetros são facilmente determinados com a utilização da técnica de EBSD. A Figura 6a ilustra perfis de distribuição de tamanho de cristais com contornos de alto ângulo, medidos por EBSD, para os aços 3NbMo0 e 3NbMo31 resfriados de forma acelerada até 550°C. Nesta figura, é possível observar a definição do parâmetro Dc2004. Portanto, na Figura 6b, a título de exemplificação, pode-se observar o efeito da composição química e da temperatura de final de resfriamento acelerado sobre o parâmetro de heterogeneidade Dc_{20%}/D_{15°}. Quanto maior este parâmetro, pode-se dizer que maior é a heterogeneidade microestrutural no que diz respeito ao refino das estruturas. Assim sendo, comprovou-se que a adição de Mo e a diminuição da temperatura de final de resfriamento tornaram a microestrutura mais heterogênea [9].

Finalmente, a Equação 9 foi proposta por Isasti et al. [9] para se calcular a temperatura de transição dúctil-frágil de aços baixo carbono microligados ao Nb com adição de Mo.

Nesta equação, as concentrações de Mn, Si e N são consideradas em porcentagem em peso e o parâmetro D_{MA} é o tamanho médio das ilhas de constituinte MA medido em µm. O parâmetro D_{15° também deve ser considerado em µm. Os parâmetros "%perlita" e "%MA" são as frações volumétricas dos referidos constituintes medidos por técnicas convencionais de microscopia. A Figura 7 exemplifica, as contribuições de cada um dos fatores da Equação 9 sobre a temperatura de transição dúctil frágil dos aços 3NbMo0 e 3NbMo31 resfriados até as temperaturas de 450 °C, 550 °C e 650 °C.

Segundo a literatura [9,18], esta equação terá boa aderência para aços baixo carbono e, apesar de não ser explicitado, o efeito da concentração de carbono,



Figura 6. Perfís de distribuição de tamanho de cristais com contornos de alto ângulo ($\theta > 15^{\circ}$), medidos por EBSD, para os aços (a) 3NbMo0 e (b) 3NbMo31 resfriados de forma acelerada até 550 °C. Adaptado de [9].



Figura 7. Diferentes contribuições de mecanismos sobre a temperatura de transição dúctil-frágil (DBTT) dos aços (a) 3NbMo0 e (b) 3NbMo31 submetidos a diferentes temperaturas de final de resfriamento acelerado (verde: tamanho de grão (D_{15°); amarelo: composição química; roxo: limite de escoamento em tração ($\Delta \sigma_y$); azul escuro: heterogeneidade microestrutural ($Dc_{20\%} / D_{15^\circ}$); laranja: porcentagem de fases secundárias (Perlita neste estudo caso) azul claro: DBTT resultante calculado; vermelho: DBTT experimental. Adaptado de [9].

elemento intersticial, sobre a temperatura de transição está indiretamente associado às frações de perlita e MA, assim como à componente de endurecimento por precipitação, incluída no parâmetro $\Delta \sigma_y$. Desta forma, espera-se que quanto maior o teor de carbono do aço, maiores serão os valores de DBTT, havendo portanto deterioração da tenacidade ao impacto.

$$DBTT(^{\circ}C) = -11Mn + 42Si + 700(N_{livre})^{0.5} + 15(^{\circ}perlita + ^{\circ}MA)^{\frac{1}{3}} + 0.5\Delta\sigma_y - 14(D_{15^{\circ}})^{-0.5} + 9)$$

$$39(Dc_{20^{\circ}}/D_{15^{\circ}})^{0.5} + 23(D_{MA})^{0.5} + 9)$$

4 Alguns estudos de caso de otimização de composição química e processamento termomecânico

Isasti et al. [10] ao investigarem a influência da microadição de Nb e Mo, juntamente com a deformação acumulada na austenita, nas transformações de fase e nas características microestruturais de aços de baixo carbono, aplicaram com sucesso a metodologia detalhada no item 2 deste artigo. Em seu trabalho, os autores [10] realizaram uma caracterização microestrutural em amostras selecionadas usando EBSD. As amostras foram polidas e analisadas usando um microscópio eletrônico de varredura (MEV) com um filamento de W.

Foram utilizados vários tamanhos de passo de varredura, de 0,2 µm para medições de alta resolução a 1 µm para caracterização microestrutural mais geral. A área total varrida foi de cerca de 400 x 400 µm. Diferentes imagens representativas foram usadas para definir parâmetros relacionados com a microestrutura.

Neste trabalho [10], o emprego desta metodologia baseada em EBSD permitiu quantificar os tamanhos das unidades cristalográficas e investigar a influência da composição química e da deformação na microestrutura resultante. Eles [10] mostraram que as microestruturas formadas variaram significativamente em função da taxa de resfriamento, desde ferrita poligonal e perlita em condições de resfriamento lento até uma mistura de ferrita quase poligonal e ferrita granular para taxas intermediárias, culminando na formação de ferrita bainítica com martensita sob resfriamento rápido. As análises permitiram concluir que a adição de molibdênio (Mo) promoveu um deslocamento nos diagramas TRC para temperaturas mais baixas de início de transformação. O aumento da quantidade de nióbio (Nb) resultou em pequenas variações nos diagramas TRC quando a transformação ocorreu a partir da austenita não deformada, além de um aumento nas temperaturas iniciais de transformação quando a transformação ocorreu a partir da austenita deformada. Observou-se ainda que o Nb contribuiu para o acúmulo de deformação na austenita, acelerando a cinética de transformação subsequente. A interação complexa entre composição química, deformação e as fases formadas influenciou diretamente os tamanhos das unidades cristalográficas e sua homogeneidade. Além disso, os resultados indicaram que a quantidade de Nb em solução sólida na temperatura inicial da transformação é governada tanto pelo teor de Nb no aço quanto pela taxa de resfriamento aplicada.

Metodologias de caracterização por EBSD utilizadas para cálculo de mecanismos de endurecimento e otimização de processamento termomecânico controlado - uma revisão

Abreu et al. [2] ao buscarem otimizar as estratégias de laminação para chapas grossas de aço API 5L X80 com uma microestrutura predominantemente bainítica, avaliando o efeito dos parâmetros de laminação e do condicionamento da austenita nas características microestruturais e propriedades mecânicas, também aplicaram os métodos descritos no item 2. A técnica de EBSD foi empregada com o objetivo de gerar mapas de desorientação cristalográfica, determinar parâmetros médios de desorientação do kernel (*9*), determinar densidades de contornos de baixo e alto ângulo, determinar diâmetro equivalente médio de grãos e, finalmente, calcular a contribuição dos diferentes mecanismos de endurecimento para diferentes cenários de laminação em escala industrial.

Por meio destas análises, os autores [2] puderam concluir que, para o aço estudado, o condicionamento da austenita, particularmente a deformação acumulada e a temperatura de final da laminação de acabamento, desempenham um papel crítico na prevenção da formação de ferrita poligonal. Observou-se que um aumento na deformação aliado a uma redução na temperatura favorece a formação dessa fase indesejável neste tipo de produto. Com base nesses achados, foi identificada uma rota de produção otimizada, adaptada às condições operacionais específicas de um laminador reversível. Além disso, foi determinado que o limite de escoamento do material pode ser expresso como a soma das contribuições de diferentes mecanismos de endurecimento, incluindo solução sólida, refinamento de grão, densidade de discordâncias e precipitação, como ilustra a Figura 5.

Martins et al. [3], por meio do emprego da metodologia aqui discutida, avaliaram o efeito das condições de bobinamento na microestrutura e nas propriedades mecânicas de um aço HSLA não estequiométrico microligado com Nb e Ti após processamento termomecânico em um laminador Steckel. Os autores utilizaram um microscópio eletrônico de varredura Philips XL 30CP em um sistema de EBSD da TSL. A varredura foi feita com um passo de 0,6 µm e uma tensão de aceleração de 20kV em áreas de 200 µm x 200 µm. Mapas de densidade de contornos de grãos especiais e mapas de Kernel foram gerados. Os tamanhos médios das unidades cristalográficas com baixo e alto ângulo de contorno foram medidos.

A metodologia de caracterização microestrutural por EBSD foi aplicada com sucesso para compreender os mecanismos de endurecimento mais atuantes nos produtos termomecanicamente laminados e bobinados em diferentes temperaturas. Por meio da aplicação das equações reportadas neste artigo, o limite de escoamento do aço estudado foi descrito como o somatório das diferentes contribuições. Os autores [3] mostraram que a temperatura de bobinamento tem significativa influência sobre a precipitação de carbonetos de titânio e sobre a contribuição do mecanismo de endurecimento por precipitação. Desta forma, eles conseguiram propor condições otimizadas de laminação e bobinamento para se alcançar a máxima capacidade de endurecimento do aço estudado por eles em processo de laminação termomecânica controlada.

Larzabal et al. [6] avaliaram os mecanismos de endurecimento e a tenacidade ao impacto de aços microligados ao Nb, Nb-Mo e Ti-Mo por meio da metodologia descrita neste artigo. Os autores analisaram áreas de 200 x 200 µm com passos de varredura variando de 0,1 µm a 0,4 µm. Foi demonstrado que o aço Nb-Mo apresenta uma microestrutura mais refinada em comparação com o aço Ti-Mo, possuindo ainda, maior fração de contornos de baixo ângulo. Segundo os autores [6], isso indicou que a substituição no Ti pelo Nb no aço estudado levou à formação de maior fração de bainita nos materiais termomecanicamente processados. A análise quantitativa de cada mecanismo de endurecimento mostrou que os tamanhos das unidades cristalográficas desempenham um efeito muito importante, representando entre 50% e 70% do limite de escoamento, especialmente para os aços Nb e Nb-Mo. O endurecimento por precipitação, juntamente com o tamanho médio de grão, tornou-se predominante para o aço Ti-Mo.

Larzabal et al. [7] investigaram o efeito de um tratamento térmico por indução eletromagnética pós-laminação em aços baixo carbono microligados ao Ti com adição de Mo. O foco principal era avaliar o efeito da temperatura de interrupção de um resfriamento acelerado sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas. As análises por EBSD foram utilizadas para quantificar o tamanho das unidades cristalográficas com contornos de baixo e alto ângulo, assim como para avaliar as densidades de discordâncias. Foi utilizado um passo de varredura de 0,4 μ m, em campos de 200 \times 200 μ m. As análises de EBSD revelaram a formação de diferentes microestruturas em função das temperaturas de interrupção do resfriamento acelerado (TI), incluindo a presença de grãos de ferrita poligonal e de estruturas bainíticas em diferentes frações. A diminuição da TI resultou em um refinamento microestrutural significativo. Além disso, mostrou-se que o refinamento de grão foi sempre o mecanismo de endurecimento mais relevante, enquanto a contribuição da densidade de discordâncias aumentou à medida que a TI diminuía. A contribuição do endurecimento por precipitação foi estimada subtraindo-se o efeito dos demais mecanismos dos valores experimentais de limite de escoamento. O estudo também mostrou que o tratamento térmico por indução pós-laminação promove um endurecimento adicional em microestruturas ferríticas e bainíticas, devido à formação de nanoprecipitados.

Com base nestes exemplos, é possível notar que a técnica de EBSD associada à metodologia discutida neste artigo tem se mostrado uma ferramenta poderosa para caracterizar microestruturas complexas em aços microligados termomecanicamente processados. A aplicação dessa técnica tem possibilitado uma compreensão mais aprofundada a respeito dos mecanismos de endurecimento e dos efeitos da composição química e dos parâmetros de processamento nas microestruturas e propriedades mecânicas dos aços. Essa compreensão tem se mostrado essencial para otimizar composições químicas, processos de laminação e condições de tratamento térmico, visando alcançar propriedades específicas para diferentes aplicações industriais.

5 Conclusões

A revisão da literatura mostrou que a técnica de EBSD tem se consolidado como uma ferramenta poderosa para a caracterização microestrutural de aços de alta resistência mecânica processados por laminação termomecânica controlada. Os estudos analisados indicam que os principais mecanismos de endurecimento – solução sólida, refino de grão, densidade de discordâncias e precipitação – podem ter suas contribuições bem estimadas por meio de análises por EBSD combinadas com modelos matemáticos estabelecidos na literatura. A possibilidade de correlacionar parâmetros de processamento com a evolução microestrutural permite otimizar rotas industriais, reduzindo custos e melhorando o desempenho mecânico dos materiais. Além disso, a abordagem baseada em EBSD possibilita a identificação de fases e contornos de grão especiais, fornecendo informações valiosas para o ajuste de composições químicas e condições de laminação.

Dessa forma, conclui-se que a utilização sistemática da técnica de EBSD tem se tornado muito importante no planejamento de processamento termomecânico controlado de aços, com foco sobre a evolução microestrutural e de propriedades mecânicas, se consolidando como ferramenta indispensável para o avanço da metalurgia dos aços de alta resistência mecânica e a melhoria contínua dos processos de fabricação na indústria siderúrgica.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e à empresa Gerdau Ouro Branco pelo apoio dado aos pesquisadores para o desenvolvimento deste estudo.

Referências

- Faria GL, Porcaro RR, Godeforid LB, Cândido LC, Faria RJ. Desenvolvimento de chapas grossas de aço API 5L Grau X80 – processamento termomecânico controlado. Tecnologica em Metalurgia, Materiais e Mineração. 2024;21:e3038.
- 2 Abreu LGO, Faria GL, Faria RJ, Matsubara DB, Porcaro RR. Optimizing rolling strategies for API 5L X80 steel heavy plates produced by thermomecanical processing in a reversible single-stand mill. Metals. 2024;14:746.
- 3 Martins CA, Faria GL, Mayo U, Isasti N, Uranga P, Rodríguez-Ibabe J, et al. Production of a non-stoiciometric Nb-Ti HSLA steel by thermomechanical processing on a steckel mil. Metals. 2023;13(2):405.
- 4 Mausavi Anijdan SH, Rezaienan A, Yue S. The effect of chemical composition and austenite conditioning on the transformation behavior of microalloyed steels. Materials Characterization. 2012;63:27-38.
- 5 Wu Q, He S, Hu P, Liu Y, Zhonghua Z, Fan C, et al. Effect of finish rolling temperature on microstructure and mechanical properties of X80 pipeline steel by on-line quenching. Materials Science and Engineering A. 2023;862(18):144496.
- 6 Larzabal G, Isasti N, Rodriguez-Ibabe JM, Uranga P. Evaluating strengthening and impact toughness mechanisms for ferritic and bainitic microstructures in Nb, Nb-Mo and Ti-Mo microaaloyed steels. Metals. 2017;7:65.
- 7 Larzabal G, Isasti N, Rodriguez-Ibabe JM, Uranga P. Effect of microstructure on post-rolling induction treatment in a low C Ti-Mo microalloyed steel. Metals. 2018;8:694.
- 8 Isasti N, Jorge-Badiola D, Taheri ML, Uranga P. Microstructural features controlling mechanical properties in Nb-Mo microalloyed steels. Part I: Yield Strength. Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science. 2014;45A:4960-4971.
- 9 Isasti N, Jorge-Badiola D, Taheri ML, Uranga P. Microstructural features controlling mechanical properties in Nb-Mo microalloyed steels. Part II: Impact Toughness. Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science. 2014;45A:4972-4982.
- 10 Isasti N, Jorge-Badiola D, Taheri ML, Uranga P. Phase transformation study in Nb-Mo microalloyed steels using dilatometry and EBSD quantification. Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science. 2013;44:3552-3563.
- 11 Zurutuza I, Isasti N, Detemple E, Schwinn V, Mohrbacher H, Uranga P. Effect of Nb and Mo additions in the microstructure/tensile proerty relationship in high strength quenched and quenched and tempered boron steels. Metals. 2021;11(1):29.
- 12 Zurutuza I, Isasti N, Detemple E, Schwinn V, Mohrbacher H, Uranga P. Effect of quenching strategy and Nb-Mo additions on phase transformations and quenchability of high-strength boron steels. Journal of the Minerals Metals & Materials Society. 2021;73:3158-3168.

Metodologias de caracterização por EBSD utilizadas para cálculo de mecanismos de endurecimento e otimização de processamento termomecânico controlado - uma revisão

- 13 Liang XJ, Hua MJ, Garcia CI, DeArdo AJ. The thermomechanical controlled processing of high-strength steel plate: a new view of toughness based on modern metallography. Materials Science Forum. 2013;762:38-46.
- 14 Iza-Mendia A, Gutiérrez I. Generalization of the existing relations between microstructure and yield stress from ferrite-perlite to high strength steels. Materials Science and Engineering A. 2013;(561):40-51.
- 15 Yakubstov IA, Boyd JD, Liu WJ, Essadiqui E. Strengthening mechanism in dual-phase acicular ferrite+M/A microstructure. In: Proceedings of the 42nd Mechanical Working and Steel Processing Conference. Toronto, Canadá; 2000. p. 429-439.
- 16 Kubin LP, Mortensen A. Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues. Scripta Materialia. 2003;48(2):119-125.
- 17 Bush ME, Kelly PM. Strengthening mechanisms in bainitic steels. Acta Metallurgica. 1971;19(12):1363-1371.
- 18 Gutiérrez I. Effect of microstructure on the impact toughness of Nb-microalloyed steel: Generalization of existing relations from ferrite-pearlite to high strength microstructures. Materials Science and Engineering A. 2013;571:57-67.
- 19 Díaz-Fuentes M, Iza-Mendia A, Gutiérrez I. Analysis of different acicular ferrite microstructures in low-carbon steels by electron backscattered diffraction. Study of their toughness behavior. Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science. 2003;34A:2505-2516.
- 20 Siciliano F, Stalheim DG, Gray JM. Modern high strength steels for oil and gas transmission pipelines. In:Proceedings of the 2008 7th International Pipeline Conference. 2008 7th International Pipeline Conference, Volume 3; 2008 September 29–October 3; Calgary, Alberta, Canada; 2008. p. 187-195.
- 21 Li S, Jiang Z, Li Y, Stalheim D, Li Q, Zhang G. Development and Production of Heavy Gauge X70 Pipeline Plate for Deep Water Pipe Applications at Shougang Steel. In: Proceedings of the 2012 9th International Pipeline Conference. Volume 3: Materials and Joining; 2012 September 24–28; Calgary, Alberta, Canada; 2012. p. 293-299.
- 22 Li S, Zhu H, Zhou P. Microstructure and mechanical properties of heavy X80 pipeline steel. Hot Working Technology. 2001;40(24):85-88.
- 23 Bott IS, Souza LFG, Texeira JCG, Rios PR. High-strength steel development for pipelines: a Brazilian perspective. Metallurgical and Materials Transactions. A, Physical Metallurgy and Materials Science. 2005;36:443-454.
- 24 Pickering FB, Gladman T. Metallurgical developments in carbon steels. London: Iron and Steel Institute; 1963. Special Report No. 81.

Recebido em: 28 Fev. 2025 Aceito em: 11 Abr. 2025

Editor responsável: André Luiz Vasconcellos da Costa e Silva 💿