



Dissertação de Mestrado

"Efeito do Nióbio no Comportamento Mecânico de um Aço Alto Carbono Utilizado em Concreto Protendido"



Autor: Ricardo Amorim Pessoa Orientador: Dr. Rodrigo Rangel Porcaro Co-Orientador: Dr. Luiz Cláudio Cândido

Abril de 2022



Ricardo Amorim Pessoa

" Efeito do Nióbio no Comportamento Mecânico de um Aço Alto Carbono Utilizado em Concreto Protendido "

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da REDEMAT, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Análise e Seleção de Materiais

Ouro Preto, Abril de 2022.

SISBIN - SISTEMA DE BIBLIOTECAS E INFORMAÇÃO

P475e	Pessoa, Ricardo Amorim. Efeito do nióbio no comportamento mecânico de um aço alto carbono utilizado em concreto protendido. [manuscrito] / Ricardo Amorim Pessoa. - 2022. 77 f.: il.: color., gráf., tab
	Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Rangel Porcaro. Coorientador: Prof. Dr. Luiz Cláudio Cândido. Dissertação (Mestrado Acadêmico). Universidade Federal de Ouro Preto. Rede Temática em Engenharia de Materiais. Programa de Pós- Graduação em Engenharia de Materiais. Área de Concentração: Análise e Seleção de Materiais.
	 Aço - Aço Alto Carbono. 2. Nióbio. 3. Termodinâmica - Dilatometria. Propriedades Mecânicas. 5. Laminação (Metalurgia) - Fio-máquina. I. Cândido, Luiz Cláudio. II. Porcaro, Rodrigo Rangel. III. Universidade Federal de Ouro Preto. IV. Título.
	CDU 620

Bibliotecário(a) Responsável: Maristela Sanches Lima Mesquita - CRB-1716



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO REITORIA ESCOLA DE MINAS DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA METALURGICA E DE MATERIAIS



FOLHA DE APROVAÇÃO

Ricardo Amorim Pessoa

Efeito do Nióbio no comportamento mecânico de um aço alto carbono utilizado em concreto protendido

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Ouro Preto como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais

Aprovada em 08 de abril de 2022

Membros da banca

Prof. Dr. Rodrigo Rangel Porcaro - Orientador - Universidade Federal de Ouro Preto Prof. Dr. Rhelman Rossano Urzedo Queiroz - Intituto Federal de Minas Gerais - Campus Ouro Preto Prof. Dr. Luiz Cláudio Cândido - Universidade Federal de Ouro Preto Prof. Dr. Geraldo Lúcio de Faria - Universidade Federal de Ouro Preto

O Prof. Gilberto Henrique Tavares Álvares da Silva, Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, aprovou a versão final e autorizou seu depósito no Repositório Institucional da UFOP em 18/04/2022



Documento assinado eletronicamente por **Gilberto Henrique Tavares Alvares da Silva**, **PROFESSOR DE MAGISTERIO SUPERIOR**, em 18/04/2022, às 12:07, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do <u>Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015</u>.



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <u>http://sei.ufop.br/sei/controlador_externo.php?</u> <u>acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0</u>, informando o código verificador **0311364** e o código CRC **29022E3E**.

Referência: Caso responda este documento, indicar expressamente o Processo nº 23109.004745/2022-59

SEI nº 0311364

R. Diogo de Vasconcelos, 122, - Bairro Pilar Ouro Preto/MG, CEP 35400-000 Telefone: 3135591561 - www.ufop.br

Para minha esposa Cristina e filhas, Beatriz e Laura, que com amor e carinho me incentivaram e compreenderam meus períodos de ausência.

AGRADECIMENTOS

Ao Jorge Adam Cleto Cohn pela idealização deste trabalho, pelas ricas discussões e contribuições ao longo do desenvolvimento do tema.

Ao Clever Josue de Souza Junior, Victor Assis de Souza Santos, Carlos Berlini Filho, Renato Eustaquio Rodrigues, Maurilio Samuel Pinho Medeiros, Edmar de Souza Silva, Elias Antonio Fernandes, Wedson Eduardo Flausino e Daniela Aparecida de Paiva, por contribuírem de várias formas com a realização do experimento industrial.

Ao Professor Rodrigo Rangel Porcaro pelas importantes discussões e sugestões durante orientação do trabalho.

Ao Professor Luiz Cláudio Cândido pelas sugestões e motivação na elaboração do trabalho.

À Gerdau S.A. por disponibilizar recursos físicos, financeiros, humanos e por possibilitar a realização deste trabalho.

À CBMM por contribuir tecnicamente e financeiramente com o projeto em inúmeras oportunidades, representada por Marcelo Arantes Rebellato.

Ao CEIT pelo trabalho de caracterização e ricas discussões técnicas sobre os resultados obtidos, principalmente representados por Beatriz Pereda, Beatriz Lopez e José M. Rodríguez-Ibabe.

RES	SUMC)	. 1
ABS	STRA	СТ	. 2
1.	INTF	RODUÇÃO	. 3
2.	OBJI	ETIVOS	. 6
2.	.1 Oł	ijetivo Geral	. 6
2.	.2 Ot	jetivos Específicos	. 6
3.	REV	ISÃO BIBLIOGRÁFICA	. 7
3.	.1 Aç	o para Concreto Protendido	. 7
3.	2 Ef	eito do Cromo e do Silício no Aço Alto Carbono	. 9
3.	.3 Ef	eito do Nióbio no Aço Alto Carbono	12
3.	.4 Ef	eito da Taxa de Resfriamento	25
4.	MAT	ERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS	29
4.	1 Ma	ateriais	29
4.	2 Té	cnicas Experimentais	29
	4.2.1	Análise química	30
	4.2.2	Caracterização microestrutural	30
	4.2.3	Ensaios mecânicos	33
	4.2.4	Simulação física	35
5.	RES	ULTADOS E DISCUSSÃO	39
5.	.1 Ar	tálise Química	39
5.	.2 En	saios Mecânicos	39
	5.2.1	Ensaio de tração	39
	5.2.2	Ensaios de dureza	41
5.	.3 Ar	alise Microestrutural	42
5.	.4 Sin	nulação Física	49
	5.4.1	Dilatometria	49
	5.4.2	Torção a quente	54
6.	CON	CLUSÕES	59
7.	SUG	ESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	60
8.	REF	ERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	61

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 - Ilustração de blocos pré-moldados com protensão por cabo de aço. Fonte:
Veríssimo e Júnior (1998)
Figura 3.1 - Ponte Atlântico no Panamá com 4,6 km de extensão e vão central de 530m de
altura. Fonte: Walsh (2018)7
Figura 3.2 – Efeito do C e do Cr (% em massa) na resistência à tração do arame patenteado.
Fonte: Adaptação de Tauri et al. (2005)
Figura 3.3 – Efeito do C e do Cr (% em massa) na taxa de encruamento. Fonte: Adaptação de
Tauri et al. (2005) 10
Figura 3.4 – Efeito do aumento o limite de resistência à tração do arame trefilado e elementos
químicos na perda de resistência à tração durante galvanização a quente a 450°C. Fonte:
Adaptação de Tauri et al. (2005) 11
Figura 3.5 - Concentração dos elementos de liga (% em massa) na interface cementita-ferrita.
Adaptação de Tauri et al. (2005) 11
Figura 3.6 - Tamanho de grão austenítico de aço mola microligado ao Nb mantido em
diferentes temperaturas por 30 minutos. (a) Tamanho de grão austenítico médio; (b)
distribuição do tamanho de grão austenítico. Fonte: Zhang et al. (2012) 12
Figura 3.7 – Efeito do Nb no volume da fração recristalizada de austenita (V_f) em função da
temperatura. Adaptação de Ray (2017)
Figura 3.8 - Tamanho de grão austenítico em relação à temperatura de austenitização para um
aço Nb-V. Fonte: Moreira (2019) 13
Figura 3.9 - Ilustração dos possíveis locais e condições onde ocorre precipitação do Nb
durante laminação a quente. Adaptação de Rodrigues-Ibabe (2020)15
Figura 3.10 - Variação do tamanho de grão austenítico prévio em função da temperatura,
aquecido a 10°C/min durante 20min. Adaptação de Dey et al. (2018) 16
Figura 3.11 - Solubilidade do nióbio na austenita em relação ao teor de carbono em destaque
0,80% de C (% em massa), temperatura em Kelvin nas equações. Adaptação de Jarreta
(2017)
Figura 3.12 – Espaçamento interlamelar perlítico médio (λ) sendo: S0 = aço base; V1 e V2 =
aço microligado ao V; VN = aço microligado ao V + Nb; N1, N2, N3 e N4 = aço microligado
ao Nb. Adaptação de Jansto (2014) 18
Figura 3.13 – Microscopia Eletrônica de Transmissão dos precipitados de nióbio na perlita:
(a) na ferrita, (b) na cementita e (c) espectro EDX correspondente. Fonte: Ray (2017) 18

Figura 3.14 – Efeito do Nb na redução de área em relação à deformação verdadeira, sendo: S0
= aço base; V1 e V2 = aço V; VN = aço V + Nb; N1, N2, N3 e N4 = aço Nb. Adaptação de
Jansto (2014)
Figura 3.15 - Efeito da temperatura no final da laminação nas propriedades mecânicas em
dois aços microligados ao Nb. Fonte: Ray (2017)
Figura 3.17 - Relação entre o tamanho da colônia de perlita e deformação total em
temperaturas de austenitização durante tratamento térmico para refino da perlita a 900°C (RP-
900) e 1300°C (RP-1300). Fonte: Moreira (2019)
Figura 3.18 - Variação do limite de resistência à tração em relação ao inverso da raiz
quadrada do espaçamento interlamelar perlítico. Adaptação de Modi et al. (2001) 23
Figura 3.19 - Curvas TTT: (a) Aço sem Nb e (b) Aço com Nb. Adaptação de Yong et al.
(2017)
Figura 3.20 – Exemplos do espaçamento interlamelar perlítico (a) aço alto carbono, (b) aço V
e (c) aço V + Nb. Adaptação de Tian <i>et al.</i> (2022)
Figura 3.21 - Dureza Rockwell C do aço mola 60Si2MnA e aço mola-Nb em diferentes
temperaturas de austenitização, seguido de têmpera e revenido. Adaptação de Zhang et al.
(2012)
Figura 3.22 – Variação do espaçamento interlamelar perlítico a ¼ do diâmetro do fio-máquina
para vários ciclos de resfriamento e aço alto carbono, sendo E a maior taxa. Adaptação de
Silva (2007)
Figura 3.23 - Variação do limite de resistência para várias taxas de resfriamento e aço alto
carbono, sendo E a maior taxa. Adaptação de Silva (2007)
Figura 3.24 - Variação do espaçamento interlamelar perlítico ao longo do diâmetro do fio-
máquina para uma condição de máxima taxa de resfriamento possível e aço alto carbono.
Adaptação de Silva (2007)
Figura 3.25 – Espaçamento interlamelar perlítico médio (λ) em função do super-resfriamento
abaixo da temperatura A_1 (ΔT) para vários aços. Adaptação de Krauss (2005) 28
Figura 4.1 - Esquema do plano e local para análise microestrutural, tamanho de grão
austenítico, tamanho de colônia de perlita e espaçamento interlamelar perlítico 30
Figura 4.2 - Ilustração esquemática das posições das amostras ao longo da espira de fio-
máquina, em destaque as posições analisadas 1, 3, 5 e 7 31
Figura 4.3 – Exemplo dos procedimentos para medida de tamanho de colônias de perlita. (a)
amostra após a oxidação controlada; (b) após oxidação e segmentação manual; (c) após ajuste

de threshold no ImageJ; (d) após identificação automática e indexação das colônias perlíticas
no ImageJ (FARIA et al., 2021)
Figura 4.4 - Exemplo de imagem em MEV de aço alto carbono, em destaque colônia com
menor espaçamento interlamelar que foi usada para medida
Figura 4.5 - Esquema do corpo de prova de seção circular para ensaio de tração, dimensões
em milímetros
Figura 4.6 - Exemplo dos perfis de dureza Vickers traçados na seção transversal do fio-
máquina
Figura 4.7 - Ciclos térmicos de dilatometria aplicados nos corpos de prova para simular
temperatura de reaquecimento e austenitização, visando determinação do tamanho de grão
austenítico
Figura 4.8 – Ciclos térmicos para ensaio de dilatometria com deformação
Figura 5.1 - Gráfico do tipo boxplot do limite de resistência à tração para os aços 82Cr e
82CrNb
Figura 5.2 – Dureza Vickers (HV) nas posições 1 e 3 (Figura 4.2) ao longo da espira para os
dois aços em estudo
Figura 5.3 – Micrografias da seção transversal do fio-máquina a ¼ do diâmetro, atacado com
Nital (2%), microscópio óptico e MEV. Aços: (a) e (c) 82Cr; (b) e (d) 82CrNb 42
Figura 5.4 - Micrografia e histograma do tamanho de grão austenítico das amostras com
93,8% de redução de área a ¼ do diâmetro, ataque com Bechet-Beaujard; aços: (a) e (c) 82Cr;
(b) e (d) 82CrNb
Figura 5.5 - Micrografia e histograma do tamanho de grão austenítico das amostras com
98,3% de redução de área a ¼ do diâmetro, ataque com Bechet-Beaujard; aços: (a) e (c) 82Cr;
(b) e (d) 82CrNb
Figura 5.6 – Tamanho de grão austenítico médio em relação a redução de área percentual a $\frac{1}{4}$
do diâmetro; aços 82Cr e 82CrNb 45
Figura 5.7 - Espaçamento interlamelar perlítico nas diferentes posições ao longo da espira
(Figura 4.2), a ¼ do diâmetro; aços 82Cr e 82CrNb 46
Figura 5.8 - Histograma do tamanho de colônia de perlita (diâmetro circular equivalente), na
posição 5 (Figura 4.2) ao longo da espira, a ¼ do diâmetro; aços 82Cr e 82CrNb 48
Figura 5.9 - Micrografia para avaliar o tamanho de grão austenítico, ataque com Bechet-
Beaujard, 500x. Aços: (a) 82Cr a 1.150 e 900°C; (b) 82CrNb a 1.250 e 850°C

Figura 5.10 - Micrografia para avaliar o tamanho de grão austenítico prévio para o ensaio de
dilatometria, austenitização seguido de têmpera; aços: (a) 82Cr a 1.200°C; (b) 82CrNb a
1.150°C. Ataque com Bechet-Beaujard, 500x
Figura 5.11 – Micrografias das amostras de dilatometria para diferentes taxas de resfriamento
para o aço 82Cr obtidas por microscópio óptico, ataque com Nital (2%)
Figura 5.12 – Micrografias das amostras de dilatometria para diferentes taxas de resfriamento
para o aço 82CrNb obtidas por microscópio óptico, ataque com Nital (2%)53
Figura 5.13 – Diagrama TRC para os aços 82Cr e 82CrNb 54
Figura 5.14 - Ensaio de torção a quente mostrando o tamanho de grão austenítico e
histograma para o ciclo de alta temperatura final, aços: (a) e (c) 82Cr; (b) e (d) 82CrNb.
Ataque com Bechet-Beaujard
Figura 5.15 - Ensaio de torção a quente mostrando o tamanho de grão austenítico e
histograma para o ciclo de baixa temperatura final; aços: (a) e (c) 82Cr; (b) e (d) 82CrNb.
Ataque com Bechet-Beaujard
Figura 5.16 - Curva de resfriamento com recalescência devido a transformação de fases das
amostras resfriadas ao ar; aços 82Cr e 82CrNb
Figura 5.17 - Espaçamento interlamelar perlítico das amostras resfriadas ao ar durante torção
a quente. Aços: (a) 82Cr e (b) 82CrNb, ciclo de alta temperatura final; (c) 82Cr e (d) 82CrNb,
ciclo de baixa temperatura final

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Composição química (% em massa) de aços alto carbono. Adaptação das
Normas ABNT NBR 7482, ABNT NBR 7483, JIS G 3506 e ISO 16120-2 8
Tabela 3.2 – Especificação de propriedades mecânicas definidas pelo mercado consumidor do
fio-máquina em relação ao diâmetro9
Tabela 3.3 - Composição química do aço N1 (%em massa). Adaptação de Jansto (2014) 18
Tabela 3.4 – Resultados da medição do espaçamento interlamelar perlítico e ensaio de tração.
Adaptação de Moreira (2019)
Tabela 3.5 - Tamanho de colônias de perlita, espaçamento interlamelar perlítico e
microdureza Vickers para diferentes taxas de resfriamento, sendo A e B aço alto carbono e C
aço alto carbono com Nb. Adaptação de Rodrigues e Faria (2021)
Tabela 4.1 – Faixa de composição química nominal (% em massa) dos aços estudados 29
Tabela 4.2 – Especificação de propriedades mecânicas definidas pelo mercado consumidor do
fio-máquina com 13,00mm de diâmetro
Tabela 4.3 – Ciclos termomecânicos utilizados no ensaio de torção a quente para os dois aços
estudados
Tabela 5.1 – Composição química (% em massa) e desvio padrão dos aços estudados 39
Tabela 5.2 – Resultados de limite de resistência à tração e redução de área percentual dos aços
estudados
Tabela 5.3 – Média e desvio padrão do espaçamento interlamelar perlítico, nas diferentes
posições ao longo da espira, a ¼ do diâmetro; aços 82Cr e 82CrNb
Tabela 5.4 – Média e desvio padrão do tamanho de colônias de perlita (diâmetro circular
equivalente), nas diferentes posições ao longo da espira (Figura 4.2), a ¼ do diâmetro; aços
82Cr e 82CrNb

LISTA DE NOTAÇÕES, ABREVIAÇÕES E SÍMBOLOS

ASTM - American Society for Testing and Materials (Sociedade Americana de Testes e Materiais)

- NBR Associação Brasileira de Normas Técnicas
- CEIT Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas, Universidad de Navarra, Espanha.
- D Tamanho de grão austenítico
- d Tamanho da colônia de perlita
- d_i Diâmetro inicial
- d_f Diâmetro final
- $D^{\gamma}{}_{C}$ Coeficiente médio de difusão do carbono na austenita

ISO - International Organization for Standardization (Organização Internacional de Normalização)

- JIS Japanese Industrial Standard (Padrão Japonês Industrial)
- K Constante da Equação de Hall-Petch
- MEV Microscópio Eletrônico de Varredura
- R Constante dos gases
- T Temperatura absoluta em Kelvin
- T_{dis2}- temperatura de dissolução
- T_E Temperatura de equilíbrio em Kelvin
- V_f Fração volumétrica de austenita recristalizada
- ΔH_V Variação da entalpia por unidade de volume entre austenita e ferrita/cementita
- ΔT Superesfriamento abaixo da temperatura de transformação eutetóide A₁
- ε Deformação verdadeira
- ϵ_t Deformação total
- $\dot{\varepsilon}$ Taxa de deformação
- λ Espaçamento interlamelar perlítico
- λ_0 Espaçamento interlamelar perlítico inicial antes do processo de trefilação
- σ Tensão limite de resistência à tração
- σ₀ Tensão de fricção
- σ_{LE} Tensão limite de escoamento à tração
- $\sigma_{\alpha/Fe3C}$ Energia interfacial por unidade de área da interface α/Fe_3C

RESUMO

Os aços aplicados em concreto protendido na forma de fios e cordoalhas são produzidos por meio de arames trefilados a frio de aços alto carbono a partir do fio-máquina laminado a quente e necessitam de altos valores de limites de resistência à tração, porém mantendo certa ductilidade do material. A necessidade de altos níveis de resistência mecânica em diâmetros de fio-máquina cada vez maiores é um desafio tecnológico. Pois, existe limitação da taxa de resfriamento que se consegue impor ao material. Por outro lado, o aumento do teor de C acima da composição eutetóide pode resultar em fases e constituintes indesejáveis (como cementita e martensita) para a aplicação final. Portanto, a adição de Nb ao aço alto carbono torna-se uma alternativa interessante para aumentar a resistência mecânica. Com este propósito, dois aços com e sem a adição de nióbio e composição química similar em relação a outros elementos, foram produzidos em escala industrial, submetidos a caracterização microestrutural (incluindo tamanho de grão austenítico prévio, tamanho de colônias e espaçamento interlamelar da perlita), e mecânica por meio de ensaios de tração e dureza. Ensaios de torção a quente e dilatometria foram empregados para simular o processamento dos aços e avaliar a influência do Nb nas transformações de fases. A adição deste elemento microligante ao aço alto carbono promoveu o refinamento do tamanho de grão austenítico e das colônias de perlita, porém não apresentou efeito no espaçamento interlamelar perlítico. Houve redução na temperatura de início de transformação austenita/perlita e por consequência aumento da temperabilidade do aço. Finalmente, as alterações das características metalúrgicas resultaram no aumento do limite de resistência à tração e dureza do aço microligado ao Nb.

Palavras-Chave: aço alto carbono, nióbio, dilatometria, propriedades mecânicas, fiomáquina.

ABSTRACT

High-carbon steels have been used to high-strength steel wire and strands for prestressing concrete. The necessity of high-strength levels at increasingly larger diameters of wire rods is a technological challenge. At first, there is a maximum cooling rate that can be reached on the material. On the other hand, the increase in C content above the eutectoid point can result in undesirable phases and constituents (such as cementite and martensite) for the end use. Therefore, the addition of Nb to high carbon steel becomes an interesting way to increase mechanical strength. Two steels with and without Nb were obtained in a steel mill and submitted to detailed microstructural (previous austenitic grain size, pearlite interlamellar spacing and colony size) and mechanical characterization through tensile and hardness tests. Hot torsion and dilatometry tests were performed to simulate steels processing and to verify the influence of Nb on phase transformation. Adding Nb to steel resulted in a refinement in austenitic grain size and pearlite colonies but had no effect on pearlitic interlamellar spacing. There was a decrease at the start transformation temperature austenite/pearlite and therefore an increase in the hardenability of the Nb-added steel. Finally, Nb addition proved to be a technical and economical way to improve tensile strength and to reduce the variability of the mechanical properties.

Keywords: High-carbon steel, Niobium, Microstructure, Mechanical properties, Wire rod.

1. INTRODUÇÃO

A primeira proposição para pré-tensionar concreto foi anunciada em 1886, por P. H. Jackson, de São Francisco (EUA). No final do século 19, seguiram-se várias patentes de métodos de protensão e ensaios, sem êxito. A protensão era perdida devido à alguns fenômenos desconhecidos naquela época. No começo do século 20, Mörsh desenvolveu a teoria iniciada por Koenen (um método de dimensionamento empírico para alguns tipos de construção de concreto armado em 1886), reforçando suas proposições por meio de vários ensaios. Os conceitos desenvolvidos por Mörsh construíram, ao longo de décadas e em quase todo o mundo, os fundamentos da teoria do concreto armado, e seus elementos ainda são válidos (VERÍSSIMO e JÚNIOR, 1998). A protensão em concreto é realizada aplicando-se uma tensão (sem atingir o limite de escoamento) nos fios ou cordoalhas de aço, estes são ancorados nas formas que darão origem às peças finais, e após a cura do concreto essa tensão é retirada. Este processo resulta em uma compressão exercida pelo aço na peça de concreto. Uma ilustração esquemática da aplicação de protensão em uma peça de concreto é apresentada na Figura 1.1.



Figura 1.1 – Ilustração de blocos pré-moldados com protensão por cabo de aço. Fonte: Veríssimo e Júnior (1998).

Veríssimo e Júnior (1998) escreveram em seu trabalho um breve histórico do desenvolvimento do concreto protendido, onde citam diversos pesquisadores que tiveram resultados relevantes para o desenvolvimento da técnica de protensão. Em 1919 K. Wettstein fabricou, na Alemanha, painéis de concreto protendidos com arames de aço para piano (arames de alta resistência mecânica). Em 1923, R. H. Dill, do estado de Nebraska nos EUA, reconheceu que se deveria utilizar fios de alta resistência mecânica sob elevadas tensões para suportar as perdas de protensão (redução da força aplicada nos fios e cordoalhas de aço ao longo do tempo). Em 1928, Freyssinet apresentou o primeiro trabalho consistente sobre concreto protendido, reconhecendo a importância da protensão da armadura nas construções civis. Freyssinet pesquisou as perdas de protensão, produzidas pela retração e deformação do

concreto (dificuldade inicial de se utilizar a protensão), reconhecendo que só é possível assegurar um efeito duradouro da protensão utilizando elevadas tensões nos arames de aço. Foi uma das pessoas de maior destaque no desenvolvimento do concreto protendido. Inventou e patenteou métodos construtivos, equipamentos, aços especiais, concretos especiais, etc., contribuindo de forma muito expressiva para o desenvolvimento do concreto protendido.

O fio-máquina é matéria prima para diversas aplicações, desde as mais simples como pregos, arames para cercas, vergalhões, telas, treliças, até as mais complexas como parafusos, porcas, rebites, molas, palha e lã de aço, arames para pneus, cabos de aço para diversas aplicações, dentre outros. Produzir aço que apresente algum diferencial e promova satisfação do cliente, com baixo custo e alto valor agregado, tem sido um grande desafio da siderurgia em um mercado tão competitivo como na atualidade.

O aço de alta resistência mecânica à tração aplicado em concreto protendido, em geral, é fabricado com aço alto carbono, com adição de elementos de liga (Mn, Cr, Si, etc.) que promovem o aumento da resistência mecânica do material, sendo esta característica uma exigência do mercado. Adicionalmente é necessário realizar um tratamento térmico adequado após laminação a quente, visando a obtenção de microestrutura adequada ao processo de trefilação e à utilização final em fios ou cordoalhas de aço para protensão de concreto. A necessidade de altos níveis de resistência mecânica à tração em diâmetros cada vez maiores do fio-máquina é um desafio tecnológico. Pois, o aumento da resistência mecânica do fiomáquina com 13,00mm de diâmetro, por meio do resfriamento forçado ao ar é uma limitação do equipamento industrial, em função da inércia térmica para material com esta dimensão. Por outro lado, o aumento do teor de C acima do ponto eutetóide pode resultar em fases e constituintes indesejáveis, como formação de cementita pro-eutetóide e/ou martensita, que resultam em fraturas durante a trefilação a frio ou falha na aplicação final. Portanto, a adição de Nb ao aço alto carbono torna-se uma alternativa interessante para aumentar a resistência mecânica. A utilização de nióbio em aços com baixo teor de carbono é muito difundida e os efeitos na microestrutura e propriedades mecânicas são bem conhecidos. Entretanto, a utilização deste elemento em aços hipereutetóides e seus efeitos na microestrutura e propriedades mecânicas ainda gera muitas dúvidas, a começar com a suposta baixa solubilidade do nióbio nesses aços.

Alguns trabalhos (JANSTO, 2014; JARRETA, 2017) têm mostrado resultados de aumento no limite de resistência à tração e dureza quando o nióbio é adicionado ao aço hipereutetóide,

adicionalmente apresentam aumento na ductilidade do fio-máquina durante deformação nos passes de trefilação a frio, efeito este atribuído principalmente à redução do espaçamento interlamelar perlítico. Devido a esses resultados, tem sido discutido que a solubilidade do nióbio na austenita em aço alto carbono pode, na verdade, ser maior do que tem sido relatado anteriormente por alguns autores, ou seja, a medida que o teor de carbono aumenta e adicionam-se outros elementos químicos como Mn e Cr, pode haver maior quantidade de nióbio em solução sólida.

Tem sido amplamente divulgado em diversas publicações (RODRIGUES E FARIA, 2021; DEY *et al.*, 2018), a redução do tamanho de grão austenítico devido à adição de nióbio em aços alto carbono, justificado pelo efeito de arraste de soluto e precipitação de Nb (C, N). Porém, as consequências da redução no tamanho de grão austenítico ainda apresentam resultados controversos em relação ao espaçamento interlamelar perlítico, tamanho de colônias de perlita e temperatura de início de transformação austenita/perlita.

Neste contexto, dois aços alto carbono com e sem adição de Nb foram obtidos em escala industrial, com composição química similar e controle dos parâmetros de processamento. O presente trabalho avaliou os efeitos do Nb em um aço hipereutetóide e correlacionou as características microestruturais com as propriedades mecânicas. Os resultados, que incluem avaliação de transformação de fases por dilatometria e ensaio de torção a quente permitem entender como o Nb afeta o tamanho de grão austenítico, o tamanho de colônias de perlita, o espaçamento interlamelar perlítico e a temperatura de transformação austenita/perlita, assim como a influência no aumento do limite de resistência à tração e dureza dos aços estudados.

2. OBJETIVOS

Serão apresentados os objetivos geral e específicos desta dissertação de mestrado.

2.1 Objetivo Geral

O objetivo geral foi avaliar os efeitos da adição de nióbio em um aço alto carbono, aplicado em concreto protendido, sobre a microestrutura e as propriedades mecânicas em tração.

2.2 Objetivos Específicos

- Produção em escala industrial de fio-máquina com 13,00mm de diâmetro, de aço alto carbono com adição de nióbio em comparação ao mesmo material sem adição de nióbio;
- Avaliar as propriedades mecânicas por meio da realização de ensaios de tração e dureza;
- Realizar caracterização microestrutural nos materiais por meio de microscópio óptico e microscópio eletrônico de varredura (MEV);
- Realizar medidas de tamanhos de colônias perlíticas nos materiais de modo comparativo;
- Realizar medidas de espaçamento interlamelar perlítico a partir de análise em MEV;
- Realizar ensaios de simulação física por meio de dilatometria e torção a quente para avaliar o efeito do Nb nas transformações de fases.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo apresenta uma sucinta revisão bibliográfica sobre o tema em estudo.

3.1 Aço para Concreto Protendido

A utilização de protensão em concreto é muito antiga; relata-se que a primeira proposta para pré-tensionar foi em 1886, porém sem muitos avanços devido a não terem sido considerados os efeitos de algumas variáveis desconhecidas na época, por meio das quais perdia-se a protensão. Somente em 1928, um pesquisador francês chamado Eugene Freyssinet publicou o primeiro trabalho consistente sobre concreto protendido, concluindo que somente é possível assegurar um efeito duradouro da protensão por meio da utilização de elevadas tensões no aço (VERÍSSIMO e JÚNIOR, 1998).

Existem muitas vantagens na utilização da protensão em concreto, uma das principais é permitir a construção com a utilização em grandes vãos livres reduzindo significativamente a quantidade de pilares necessários quando se utiliza outras técnicas. As aplicações da protensão em concreto são muitas: lajes, pisos, edifícios, galpões industriais, pontes, passarelas, barragens, plataformas marítimas de exploração de petróleo e gás, invólucro de protensão em centrais atômicas, torres de concreto, etc. A Figura 3.1 apresenta um exemplo de aplicação da protensão em concreto em uma ponte estaiada.



Figura 3.1 – Ponte Atlântico no Panamá com 4,6 km de extensão e vão central de 530m de altura. Fonte: Walsh (2018).

As Normas ABNT NBR 7482 (2020) e ABNT NBR 7483 (2021), para fabricação de fios de aços para estruturas de concreto protendido, regulamentam apenas os teores de P = 0,020% máximo e S = 0,025% máximo (% em massa), porém a composição química e propriedades

mecânicas do aço utilizado devem garantir as especificações exigidas na norma aplicada ao produto final (fio ou cordoalha).

Normas internacionais, que regulamentam a fabricação de fio-máquina com alto teor de carbono, como JIS G 3506 (2017) e ISO 16120-2 (2017), especificam somente as faixas de composição química de referência para diversos graus de aço. Entretanto, a Norma JIS G 3506 (2017) inclui no escopo a aplicação de fio de aço trefilado para concreto protendido. Ambas as normas permitem adição de elementos químicos microligantes, como Cr e Nb, desde que em comum acordo entre fabricante e cliente final.

Portanto, as normas existentes servem como referência. Contudo, somente a partir das informações do processo de trefilação do arame, diâmetro final do arame e propriedades mecânicas do produto final, o fabricante do fio-máquina e o cliente final definem em consenso as composições químicas e propriedades mecânicas do fio-máquina. A Tabela 3.1 apresenta composições químicas regulamentadas em algumas normas típicas de aços similares ao estudado neste trabalho.

Norma	Grau de Aço	С	Mn	Si	Р	S
ABNT NBR 7482	-	-	-	-	≤0,020	≤0,025
ABNT NBR 7483	-	-	-	-	≤0,020	≤0,025
JIS G 3506	SWRH82B	0,79-0,86	0,60-0,90	0,15-0,35	≤0,030	≤0,030
ISO 16120-2	C82D	0,80-0,85	0,50-0,80	0,10-0,30	≤0,030	≤0,030

Tabela 3.1 – Composição química (% em massa) de aços alto carbono. Adaptação das Normas ABNT NBR 7482, ABNT NBR 7483, JIS G 3506 e ISO 16120-2.

Por se tratar de um produto semiacabado não existem normas específicas que regulem as propriedades mecânicas do fio-máquina. Uma vez que haverá etapa posterior de trefilação, o mercado consumidor do fio-máquina define as propriedades mecânicas de modo a atender as normas específicas do produto final (fios e cordoalhas de arame), conforme estão apresentadas na Tabela 3.2.

Ao longo do tempo, vários avanços foram experimentados nas técnicas de construção, na fabricação de novos materiais e no desenvolvimento de fios e cordoalhas de alta resistência mecânica para serem submetidas às altas tensões necessárias visando obter o efeito da protensão no concreto. Uma grande evolução se mostrou necessária em relação a tecnologia de fabricação do fio-máquina, que é a matéria prima para obtenção dos arames e

posteriormente dos fios e cordoalhas para concreto protendido. Entretanto, somente com o aprimoramento dos processos de refino e lingotamento contínuo do aço, adequação de composição química, adição de elementos químicos microligantes, ajuste na laminação a quente e otimização do resfriamento controlado do fio-máquina, foi possível obter um aço com elevado limite de resistência à tração, reduções de área relativamente altas no processo de trefilação sem necessidade de tratamento térmico, resultando em um produto com custo de fabricação competitivo e que atende aos requisitos do produto final.

Tabela 3.2 – Especificação de propriedades mecânicas definidas pelo mercado consumidor do fio-máquina em relação ao diâmetro.

Diâmetro (mm)	Limite de resistência à tração (MPa)	Redução de Área mínimo (%)
11,00	1.135 a 1.235	30
13,00	1.140 a 1.240	30

3.2 Efeito do Cromo e do Silício no Aço Alto Carbono

A adição de cromo no aço para fabricação de fios e cordoalhas para concreto protendido é geralmente utilizada. Tauri *et al.* (2005) mostraram que o cromo reduz substancialmente a perda no limite de resistência à tração durante a galvanização a quente e a aumenta a resistência à tração após o tratamento térmico de patenteamento. A Figura 3.2 apresenta o efeito do C e Cr no limite de resistência à tração de um arame trefilado e patenteado.



Figura 3.2 – Efeito do C e do Cr (% em massa) na resistência à tração do arame patenteado. Fonte: Adaptação de Tauri *et al.* (2005).

Durante o processo de trefilação do fio-máquina, a adição de Cr aumenta a taxa de encruamento e, consequentemente, resulta no refinamento do espaçamento interlamelar

perlítico. O refinamento do espaçamento interlamelar perlítico promove o aumento do limite de resistência à tração do arame patenteado e da taxa de encruamento do arame trefilado. A Figura 3.3 apresenta o efeito do aumento do C e Cr na taxa de encruamento por unidade de deformação, considerando deformação verdadeira (ε) de 3,89 (TAURI *et al.*, 2005).



Figura 3.3 – Efeito do C e do Cr (% em massa) na taxa de encruamento. Fonte: Adaptação de Tauri *et al.* (2005).

Após trefilação do fio-máquina para obtenção de arames, é comum, em algumas aplicações, submeter esses arames ao processo de galvanização a quente, no qual ocorre perda da resistência à tração devido a esferoidização parcial da cementita (presente na perlita) fortemente encruada durante a trefilação. Na Figura 3.4 é possível verificar que quanto maior o encruamento aplicado durante a trefilação (maiores valores de limite de resistência à tração no arame trefilado), maior a perda de resistência à tração após a galvanização a quente. Fica evidente que a adição de elementos químicos como o Si e Cr reduzem significativamente a perda no limite de resistência à tração após galvanização a quente, o que é desejável no produto final (TAURI *et al.*, 2005).

Tauri *et al.* (2005) citaram em seu trabalho que enquanto o Si tem baixa concentração na cementita e segrega na interface cementita-ferrita, o Cr aumenta sua concentração na cementita, como é apresentado na Figura 3.5. A taxa de esferoidização da cementita em aços com adição de Si é determinada pela difusão do Si na interface cementita-ferrita, então conforme a concentração de Si aumenta, a esferoidização da cementita se torna mais lenta diminuindo a perda de resistência à tração. Por outro lado, a taxa de difusão do Cr é menor do que a do Si, como consequência, a taxa de esferoidização da cementita diminui com o aumento da concentração do Cr. Portanto, tanto a adição de Cr quanto a adição de Si resultam

em microestrutura com lamelas finas de perlita no arame trefilado que permanecem durante o processo de galvanização a quente, obtendo-se menor perda de resistência à tração.



Figura 3.4 – Efeito do aumento o limite de resistência à tração do arame trefilado e elementos químicos na perda de resistência à tração durante galvanização a quente a 450°C. Fonte:

Adaptação de Tauri et al. (2005).



Figura 3.5 – Concentração dos elementos de liga (% em massa) na interface cementita-ferrita. Adaptação de Tauri *et al.* (2005).

Portanto, os principais efeitos da adição de Cr e Si em aços alto carbono são:

- Redução do espaçamento interlamelar perlítico;

- Aumento do limite de resistência à tração do arame após tratamento térmico de patenteamento;

- Aumento da taxa de encruamento durante a trefilação a frio;

- Redução na perda de resistência à tração durante a galvanização a quente.

3.3 Efeito do Nióbio no Aço Alto Carbono

Zhang *et al.* (2012) mostraram que em aços para molas, uma quantidade de NbC não dissolvido evita o crescimento rápido do tamanho de grão austenítico até a temperatura de 1.100°C, conforme apresenta a Figura 3.6 (a), porém acima desta temperatura há um crescimento significativo do tamanho de grão austenítico. A Figura 3.6 (b) ilustra que a distribuição do tamanho de grão austenítico médio também aumenta com a temperatura, resultando em grãos maiores a 1.200°C. Os autores citaram também que a temperatura de início de crescimento de grão austenítico aumentou de 950°C para 1.100°C quando adicionado nióbio em aço para molas. O conhecimento preciso desta temperatura é importante para definir a temperatura adequada de reaquecimento e promover uma microestrutura refinada e uniforme da austenita durante a laminação a quente.

O tamanho de grão austenítico é influenciado pelos precipitados finos de nióbio formados durante a deformação a quente e resfriamento acelerado ao ar. A adição de Nb em excesso em relação ao que pode ser dissolvido na austenita durante o reaquecimento antes da deformação, leva a obtenção de precipitados grosseiros que não afetam a cinética de crescimento de grão austenítico. A adição de nióbio em aços alto carbono mostrou ser eficiente em postergar a temperatura de recristalização da austenita. Enquanto um aço sem adição de nióbio apresenta recristalização completa a uma temperatura de deformação de 950°C, com adição de nióbio o aço apresenta aproximadamente 15% em volume de fração de austenita recristalizada (V_f) para a mesma temperatura, como pode ser visto na Figura 3.7 (RAY, 2017).



Figura 3.6 – Tamanho de grão austenítico de aço mola microligado ao Nb mantido em diferentes temperaturas por 30 minutos. (a) Tamanho de grão austenítico médio; (b) distribuição do tamanho de grão austenítico. Fonte: Zhang *et al.* (2012).



Figura 3.7 – Efeito do Nb no volume da fração recristalizada de austenita (V_f) em função da temperatura. Adaptação de Ray (2017).

Moreira (2019) mostrou em seu trabalho que o tamanho de grão austenítico aumenta exponencialmente a partir de uma temperatura crítica de $1.227^{\circ}C$ (T_{dis2}) que foi determinada em aço microligado (V e Nb) para trilho. Abaixo desta temperatura crítica, os carbonetos de nióbio precipitados são capazes de evitar o crescimento rápido do grão austenítico. Entretanto, acima desta temperatura crítica a maioria dos precipitados coalescem e dissolvem, ficando presentes em quantidade insuficiente para evitar o crescimento de grão austenítico. A Figura 3.8 apresenta o tamanho de grão austenítico em relação à temperatura de austenitização.



Figura 3.8 – Tamanho de grão austenítico em relação à temperatura de austenitização para um aço Nb-V. Fonte: Moreira (2019).

Uranga *et al.* (2018) mostraram em seu trabalho que após ensaio de torção a quente, simulando deformação durante laminação a quente, o aço com adição de nióbio apresentou uma considerável redução no tamanho de grão austenítico em relação a outro aço sem adição

de nióbio. Jarreta (2017) citou que as partículas não dissolvidas de Nb(C,N) evitam o crescimento de grão da austenita durante o reaquecimento no forno, resultando em uma austenita com grãos finos no início de laminação. A precipitação induzida por deformação dos carbonetos e carbonitretos de Nb durante a laminação a quente, retardam fortemente a recristalização da austenita, isto pode ser alcançado utilizando parâmetros de processos adequados, o que resulta em uma perlita mais fina. Ray (2017) relatou que os benefícios da adição de nióbio seriam de evitar o crescimento do grão austenítico e modificar o subsequente desenvolvimento da perlita.

Nos aços com alto teor de carbono, a redução do tamanho das colônias de perlita e do espaçamento interlamelar perlítico é o mecanismo principal no aumento do limite de resistência, dureza e ao mesmo tempo da ductilidade. O espaçamento interlamelar é um dos fatores mais adequados para se controlar a ductilidade dos aços perlíticos. O refinamento do espaç interlamelar da perlita pode ser alcançado controlando o aquecimento no forno, parâmetros de laminação a quente, taxa de resfriamento no tratamento térmico, ajuste da composição química do aço e adição de elementos microligantes (JARRETA, 2017).

O Nb tem uma afinidade muito grande com o carbono, formando em sua maior parte carbonetos (NbC) e carbonitretos (Nb (C, N)) antes, durante e após a solidificação do aço. Durante o reaquecimento no forno da laminação, os precipitados de Nb são solubilizados parcialmente ou em sua totalidade dependendo da temperatura utilizada e da quantidade de C. A precipitação do Nb em finos precipitados de NbC pode ocorrer na austenita (1.010 a 900°C) durante ou após o processo de laminação a quente (dependendo das temperaturas e reduções de área utilizadas). Também os carbonetos podem precipitar em baixas temperaturas (700 a 500°C) durante o tratamento térmico subsequente de resfriamento controlado e, caso ainda haja Nb em solução, após a transformação de fase. Devido a sua alta afinidade pelo carbono, o Nb altera o teor de carbono da reação invariante eutetóide, permitindo maiores quantidades de carbono sem que haja precipitação da cementita pro-eutetóide (JARRETA, 2017).

Rodriguez-Ibabe (2020) em seu trabalho, ilustrou os possíveis locais e condições em que ocorrem a precipitação de Nb (C, N) durante as etapas de produção do aço microligado, conforme pode ser visto na Figura 3.9. O tamanho do precipitado de Nb depende da temperatura em que ocorre a precipitação, tornando-se menores em baixas temperaturas. No forno de reaquecimento da laminação, dependendo da temperatura e o teor de carbono, o Nb pode estar totalmente solubilizado ou parcialmente precipitado. Durante a laminação a quente,

pode haver alguma quantidade de Nb (C, N) precipitado induzido por deformação. E finalmente durante o resfriamento, finas partículas podem nuclear caso ainda exista Nb disponível em solução no final do processo.

Os átomos de Nb em solução sólida retardam a recristalização e recuperação da austenita por meio do efeito de arraste de soluto. Também inibem a nucleação da perlita, retardam a transformação eutetóide e atrasam a temperatura inicial da formação da perlita, resultando assim na formação de perlita fina. A transformação eutetóide em baixas temperaturas, juntamente com acúmulo de energia devido restrição da recristalização da austenita e o grão mais fino da austenita, resultará em um refinamento considerável da perlita (JARRETA, 2017).



Figura 3.9 – Ilustração dos possíveis locais e condições onde ocorre precipitação do Nb durante laminação a quente. Adaptação de Rodrigues-Ibabe (2020).

Dey *et al.* (2018) estudaram um aço alto carbono (C = 0,66%, em massa) em diversas temperaturas de austenitização e relataram que ao adicionar Nb ao aço houve redução do tamanho de grão austenítico prévio, conforme apresentado na Figura 3.10. Argumentaram que o refinamento do grão austenítico foi devido aos precipitados de carbonetos de nióbio dispersos na matriz atuarem como ancoradores dos contornos de grãos e o nióbio dissolvido evitar o crescimento do grão austenítico por meio do efeito de arraste de soluto.

Em aços contendo 0,80% (em massa) de carbono, a solubilidade do Nb na austenita em equilíbrio com os carbonetos de Nb seria em torno de 0,010% a 1.200°C. Esta é a principal razão da pouca utilização de Nb em aços alto carbono. Contudo, os efeitos diversos do Nb

como carbonetos não dissolvidos, Nb solúvel e carbonetos precipitados induzidos por deformação durante a laminação a quente, tem levado a diversos estudos promissores em relação à utilização de Nb nestes materiais. Tem sido discutido que a solubilidade do Nb no aço possa ser maior com o aumento da temperatura e do teor de carbono, colaborando assim em uma nova perspectiva, na qual haverá mais Nb em solução sólida na austenita do que se acreditava ser possível anteriormente em determinadas temperaturas. Na Figura 3.11 é apresentado o cálculo da solubilidade do Nb, onde para cada teor de carbono (0,20%, 0,40%, 0,60% e 0,80% em massa) foi utilizada uma equação de solubilidade e em temperaturas diferentes. Para um teor de C = 0,80% (em massa), a 1.220°C é possível ter mais de 0,025% de Nb em solução sólida na austenita (JARRETA, 2017).



Figura 3.10 – Variação do tamanho de grão austenítico prévio em função da temperatura, aquecido a 10°C/min durante 20min. Adaptação de Dey *et al.* (2018).



Figura 3.11 – Solubilidade do nióbio na austenita em relação ao teor de carbono em destaque 0,80% de C (% em massa), temperatura em Kelvin nas equações. Adaptação de Jarreta (2017).

Ray (2017) publicou em seu trabalho que foi sugerido por alguns pesquisadores um aumento na solubilidade do Nb na austenita e isto teria sido atribuído a fortes interações entre solutos na austenita e carbonetos não estequiométricos. O autor citou que em estudos anteriores estas interações não foram consideradas, sendo este o principal fato de não se conseguir a correta avaliação da solubilidade do Nb em aços alto carbono. Então, foi proposta uma modificação na equação clássica do produto da solubilidade adicionando um termo para a dependência da concentração de carbono, assim o aumento do teor de carbono resulta em um aumento do produto de solubilidade NbC e maior quantidade de Nb pode estar em solução sólida. Alguns elementos químicos têm influência na solubilidade do NbC na austenita. O Mn e Cr aumentam consideravelmente a solubilidade do NbC na austenita, enquanto que o Ni aumenta a solubilidade apenas na faixa de 1.050 a 1.100°C, porém em temperaturas mais altas (1.150°C) apresenta efeito pouco expressivo.

Jansto (2014) estudou aços alto carbono (carbono de aproximadamente 0,77% a 0,83%, em massa), aplicados na produção de arames de aço de alta resistência mecânica para concreto protendido por meio de trefilação do fio-máquina com 11,00mm de diâmetro. O autor utilizou aços com composição química similares, adicionando os microligantes nióbio e vanádio em diversos teores. Os melhores resultados em relação ao maior limite de resistência à tração, maior redução de área no ensaio de tração do fio-máquina e menor espaçamento interlamelar perlítico foram obtidos para o aço com adição somente de nióbio de 0,023% em massa, correspondente ao aço N1 da Figura 3.12, o qual apresenta valores obtidos para o espaçamento interlamelar perlítico de 75nm. A composição química do aço N1 é apresentada na Tabela 3.3.

Precipitados finos ricos em nióbio foram encontrados tanto nas lamelas de ferrita quanto de cementita da perlita em aço para trilho (C = 0,67 a 0,80% e Nb = 0,024%, em massa), como apresentado na Figura 3.13, o que sugere ser uma forma efetiva de controlar o espaçamento interlamelar perlítico durante o tratamento de normalização (RAY, 2017).

No estudo feito por Jansto (2014), o aço utilizando somente nióbio (0,023% em massa) apresentou limite de escoamento de 648 MPa e limite de resistência à tração de 1.139MPa, acréscimo de 21MPa e 53MPa, respectivamente, em relação ao aço sem microligante. Adicionalmente, o aço com Nb apresentou um aumento significativo de redução de área (45,1%) em comparação com o aço sem Nb (30,4%). Este é um aspecto fundamental para esta aplicação frente às exigências do mercado atual, no qual o objetivo é obter o maior limite de

resistência à tração, com o maior valor de redução de área possível, possibilitando maiores reduções de área por passe durante a trefilação e até mesmo maiores velocidades de trefilação.



Figura 3.12 – Espaçamento interlamelar perlítico médio (λ) sendo: S0 = aço base; V1 e V2 = aço microligado ao V; VN = aço microligado ao V + Nb; N1, N2, N3 e N4 = aço microligado ao Nb. Adaptação de Jansto (2014).

Tabela 3.3 - Composição química do aço N1 (%em massa). Adaptação de Jansto (2014).

Aço	С	Mn	Si	Al	Cr	Nb	V	Ν
N1	0,811	0,76	0,221	0,005	0,152	0,023	0,003	0,0070



Figura 3.13 – Microscopia Eletrônica de Transmissão dos precipitados de nióbio na perlita: (a) na ferrita, (b) na cementita e (c) espectro EDX correspondente. Fonte: Ray (2017).

A deformação verdadeira (ε), relação entre o diâmetro inicial e final, muito utilizada em operações industriais para trefilação de arames é considerada ótima entre 1,50 a 1,80 para aços alto carbono e pode ser calculada conforme a Equação 3.1. Para esta faixa de deformação verdadeira, a maior redução de área medida em relação ao aumento da deformação por passe

de trefilação, foi maior para os aços microligados ao Nb (Figura 3.14), indicando o aumento da ductilidade devido a adição de nióbio nos aços. O maior valor de 55% de redução de área na faixa de deformação verdadeira entre 1,50 a 1,80 foi alcançado pelo aço N1 (com Nb), enquanto o aço S0 (sem microligante) apresentou aproximadamente 40% de redução de área para a mesma faixa de deformação verdadeira (JANSTO, 2014).

$$\varepsilon = 2 \ln \frac{d_i}{d_f} \tag{3.1}$$

Onde, ε é a deformação verdadeira, d_i é o diâmetro inicial e d_f é o diâmetro final.



Figura 3.14 – Efeito do Nb na redução de área em relação à deformação verdadeira, sendo: S0
= aço base; V1 e V2 = aço V; VN = aço V + Nb; N1, N2, N3 e N4 = aço Nb. Adaptação de Jansto (2014).

Nam *et al.* (2002) citam em sua pesquisa, que a relação de Hall-Petch é aceita para prever a resistência de aços perlíticos, a qual apresenta a influência inversamente proporcional do espaçamento interlamelar da perlita com a resistência à tração, conforme a Equação 3.2.

$$\sigma = \sigma_0 + K\lambda^{-1/2} \tag{3.2}$$

Onde σ é a resistência à tração; σ_0 tensão de fricção; K constante de Hall-Petch e λ espaçamento interlamelar perlítico.

Contudo uma modificação proposta por Embury e Fisher (*Apud* NAM *et al.*, 2002) na relação de Hall-Petch tem sido amplamente utilizada na indústria de trefilação para estimar a resistência mecânica de aços eutetóides trefilados. Conforme apresentado na Equação 3.3, é possível concluir que três ações podem ser tomadas para aumentar a resistência à tração em

aços perlíticos trefilados: aumentar a constante de Hall-Petch; aumentar a deformação durante a trefilação e reduzir do espaçamento interlamelar inicial da perlita.

$$\sigma = \sigma_0 + \left[\frac{k}{(2\lambda_o)^{\frac{1}{2}}}\right] \cdot exp^{(\varepsilon/4)}$$
(3.3)

Onde σ é a resistência à tração; σ_0 tensão de fricção; ϵ é a deformação verdadeira e λ_0 espaçamento interlamelar inicial da perlita. Os valores de k e λ_0 na Equação 3.3, são equivalentes a $\sqrt{2}$.K e λ .exp^($\epsilon/2$), respectivamente, na Equação 3.2.

Altas temperaturas no final da laminação resultam em maiores quantidades de Nb em solução sólida na austenita, possibilitando precipitação posterior na ferrita, o que promove um maior efeito no endurecimento do aço. Por outro lado, baixas temperaturas no final da laminação aumentam a precipitação induzida por deformação de Nb (C, N) na austenita, a qual leva a um menor efeito no endurecimento do aço, mas contribui para obtenção de menores tamanhos de colônias de perlita. Este efeito é mais pronunciado em um aço com C = 0,55% (em massa) do que em um aço com C = 0,70% (em massa), provavelmente devido a uma menor quantidade de Nb em solução sólida e consequentemente menor quantidade de Nb disponível para precipitação e endurecimento da ferrita. A Figura 3.15 apresenta o efeito da temperatura final de laminação no limite de escoamento e limite de resistência à tração em dois aços microligados ao Nb (RAY, 2017).



Figura 3.15 – Efeito da temperatura no final da laminação nas propriedades mecânicas em dois aços microligados ao Nb. Fonte: Ray (2017).

Moreira (2019) estudou aços alto carbono microligado ao Nb e V para aplicação ferroviária em diferentes temperaturas de austenitização durante tratamento térmico para refino da perlita e obteve redução do espaçamento interlamelar perlítico (λ), aumento no limite de escoamento (σ_{LE}) e redução da deformação total (ε_1) para a maior temperatura de austenitização (1.300°C) em relação a menor temperatura de austenitização (900°C), como é apresentado na Tabela 3.4. Uma correlação entre o espaçamento interlamelar perlítico, limite de escoamento e deformação total no ensaio de tração pode ser visto na Figura 3.16. Com o menor espaçamento interlamelar perlítico, as lamelas de ferrita ficam mais finas e isto dificulta o movimento das discordâncias sendo necessário uma tensão maior para o movimento das mesmas. Portanto, há um aumento na tensão limite de escoamento do aço. A mesma analogia pode ser feita para a deformação total, porém há uma redução na deformação devido a maior dificuldade na movimentação das discordâncias.

Tabela 3.4 – Resultados da medição do espaçamento interlamelar perlítico e ensaio de tração. Adaptação de Moreira (2019).

Temperatura de Austenitização (°C)	λ (μm)	σle (MPa)	£t (%)	
900	$0,16 \pm 0,02$	693 ± 34	21 ± 1	
1300	$0,09 \pm 0,02$	793 ± 52	3 ± 1	



Figura 3.16 – Correlações obtidas em temperaturas de austenitização durante tratamento térmico para refino da perlita a 900°C (RP-900) e 1300°C (RP-1300): (a) espaçamento interlamelar perlítico e limite de escoamento; (b) espaçamento interlamelar perlítico e deformação total. Fonte: Moreira (2019).

O tamanho das colônias de perlita (d) tem relação direta com as propriedades mecânicas dos aços. Quanto menor o tamanho das colônias de perlita, maior a ductilidade. Moreira (2019) relatou que foi observado uma redução no tamanho das colônias de perlita e um aumento na deformação total (ε_t) para a menor temperatura de austenitização de 900°C em relação a maior temperatura de 1.300°C, como apresentado na Figura 3.17. A autora cita que as lamelas de ferrita e cementita da perlita têm orientação aleatória e à medida que aumenta-se a carga aplicada durante o ensaio de tração, as lamelas vão se alinhando em relação ao eixo de tração. Para aços com menor tamanho de colônia de perlita há uma diminuição da concentração de tensão durante a solicitação do material devido à maior distribuição desta tensão.

Modi *et al.* (2001) estudaram um aço com C = 0,65% em massa e mostraram que o limite de escoamento e a dureza seguem uma relação linear com o inverso da raiz quadrada do espaçamento interlamelar, ou seja quanto menor o espaçamento interlamelar perlítico maior o limite de escoamento e a dureza.



Figura 3.17 – Relação entre o tamanho da colônia de perlita e deformação total em temperaturas de austenitização durante tratamento térmico para refino da perlita a 900°C (RP-900) e 1300°C (RP-1300). Fonte: Moreira (2019).

O limite de resistência à tração aumenta com a redução do espaçamento interlamelar, seguindo a relação de Hall-Petch, até um determinado valor, indicando que existe um valor crítico a partir do qual a redução do espaçamento interlamelar perlítico não tem efeito no limite de resistência à tração, conforme apresentado na Figura 3.18. As lamelas de ferrita da perlita mais fina encruam rapidamente durante a deformação, por meio do travamento do movimento das discordâncias e a partir deste valor crítico do espaçamento interlamelar perlítico, não existe incremento significativo no endurecimento e por consequência no limite de resistência à tração. A partir deste momento, inicia-se a formação de trincas na interface

ferrita-cementita, o que promove a ruptura do corpo de prova durante o ensaio de tração (MODI *et al.*, 2001).



Figura 3.18 – Variação do limite de resistência à tração em relação ao inverso da raiz quadrada do espaçamento interlamelar perlítico. Adaptação de Modi *et al.* (2001).

Dey *et al.* (2018), utilizando um aço alto carbono, por meio de ensaio de dilatometria e com deformação a quente, relataram que a adição de Nb ao aço resultou em refinamento do grão austenítico, redução do tamanho de colônias da perlita, menor espaçamento interlamelar perlítico e atraso na temperatura de início e fim de transformação. Porém, o aumento da temperatura de austenitização (de 1150°C para 1200°C) levou a um maior tamanho de grão austenítico e a uma redução do espaçamento interlamelar perlítico. Os autores explicaram que o aumento da temperatura de austenitização resultou em uma distribuição mais homogênea de carbono que, associada a uma maior temperabilidade do aço, reduziu a temperatura de início de transformação e levou a um maior super-resfriamento. O maior super-resfriamento, por sua vez, acelerou a transformação perlítica, aumentando a taxa de nucleação e reduzindo o crescimento das lamelas.

Porcaro *et al.* (2019) demonstraram que o aumento do tamanho de grão austenítico levou a uma redução do espaçamento interlamelar perlítico. Os autores atribuíram este efeito ao aumento da temperabilidade, pois, o grão austenítico maior deslocou a curva de transformação sob resfriamento contínuo (TRC) para direita e para baixo, iniciando a transformação austenita/perlita em temperaturas mais baixas do que o grão austenítico mais fino.

Utilizando ensaio de dilatometria e aço eutetóide, Yong *et al.* (2017) relataram que a adição de Nb atrasou o tempo de início de formação da perlita de aproximadamente 1s para 9s, o que
aumentou consideravelmente a temperabilidade em relação ao aço sem microligante, como pode ser visto nas curvas transformação-tempo-temperatura (TTT) da Figura 3.19.



Figura 3.19 – Curvas TTT: (a) Aço sem Nb e (b) Aço com Nb. Adaptação de Yong *et al.* (2017).

Tian *et al.* (2022), estudando um aço alto carbono após deformação, relataram aumento da temperatura de início de transformação perlítica de 594,1°C (aço sem microligante) para 634,3°C (aço com V e Nb). Citaram que este efeito pode ser atribuído à nucleação heterogênea, pois a presença dos precipitados de Nb e V geram sítios de nucleação na austenita durante o resfriamento. Também obtiveram refinamento do espaçamento interlamelar perlítico, conforme apresentado na Figura 3.20, e das colônias de perlita, efeito este atribuído a menor capacidade de difusão dos átomos de carbono devido a adição dos microligantes.



Figura 3.20 – Exemplos do espaçamento interlamelar perlítico (a) aço alto carbono, (b) aço V e (c) aço V + Nb. Adaptação de Tian *et al.* (2022).

Zhang *et al.* (2012) relataram um aumento significativo na dureza do aço para molas com adição de nióbio (aço mola-Nb) em relação ao aço sem nióbio (60Si2MnA) após aquecimento em várias temperaturas de austenitização, seguido de têmpera e revenimento, conforme apresentado na Figura 3.21. Os autores observaram que para a mesma temperatura de austenitização, a adição do Nb reduziu o percentual de cementita globulizada após revenimento, o que resultou em maior dureza do aço com Nb em relação ao aço sem Nb. A

partir da temperatura de austenitização de 1.100°C, os autores obtiveram um rápido aumento da dureza do aço com Nb em relação ao aço sem Nb e concluíram que este efeito foi devido à solubilização dos precipitados de Nb, que resultou em um crescimento do grão austenítico e aumentou a temperabilidade do aço.



Figura 3.21 – Dureza Rockwell C do aço mola 60Si2MnA e aço mola-Nb em diferentes temperaturas de austenitização, seguido de têmpera e revenido. Adaptação de Zhang *et al.* (2012).

3.4 Efeito da Taxa de Resfriamento

Desde os anos 40 do século passado, Zener (1946) publicou em seu estudo que a perlita que se forma logo abaixo da temperatura eutetóide tem espaçamento interlamelar maior, porém à medida que a temperatura de formação é reduzida em relação à temperatura eutetóide (super-resfriamento) o espaçamento interlamelar perlítico reduz. Portanto, o espaçamento interlamelar perlítico é inversamente proporcional ao super-resfriamento.

O resfriamento controlado após laminação a quente do fio-máquina, para uma mesma composição química, é o processo que mais impacta nas propriedades mecânicas e na microestrutura de aços. Este resfriamento deve ser realizado visando evitar fases e constituintes indesejáveis para a aplicação final (cementita no contorno de grão e martensita) e obter refinamento da microestrutura. Silva (2007) mostrou em seu trabalho, utilizando um aço alto carbono e fio-máquina de 11,00mm de diâmetro, que uma taxa de resfriamento maior resulta em espaçamento interlamelar perlítico menor (Figura 3.22) e por consequência maiores valores de limite de resistência à tração (Figura 3.23). Independente da taxa de resfriamento utilizada, o espaçamento interlamelar perlítico é maior no centro e reduz à medida que se aproxima da superfície, pois no centro tem-se as menores taxas de

resfriamento e a perlita se forma em temperaturas mais altas (Figura 3.24).



Figura 3.22 – Variação do espaçamento interlamelar perlítico a ¼ do diâmetro do fio-máquina para vários ciclos de resfriamento e aço alto carbono, sendo E a maior taxa. Adaptação de

```
Silva (2007).
```



Figura 3.23 – Variação do limite de resistência para várias taxas de resfriamento e aço alto carbono, sendo E a maior taxa. Adaptação de Silva (2007).



Figura 3.24 – Variação do espaçamento interlamelar perlítico ao longo do diâmetro do fiomáquina para uma condição de máxima taxa de resfriamento possível e aço alto carbono. Adaptação de Silva (2007).

Rodrigues e Faria (2021) mostraram em seu trabalho, utilizando aço alto carbono, que o aumento na taxa de resfriamento resultou em redução do tamanho de colônia de perlita, o qual é fortemente influenciado pelo tamanho de grão austenítico prévio e pela taxa de resfriamento. Quanto menor o tamanho de grão austenítico e quanto maior a taxa de resfriamento, menor o tamanho das colônias de perlita e maior a dureza. Porém, a taxa de resfriamento não alterou significativamente o espaçamento interlamelar perlítico. O espaçamento interlamelar perlítico é fortemente influenciado pelo grau de super-resfriamento, isto é, a diferença das temperaturas críticas no equilíbrio e fora do equilíbrio. A nucleação e crescimento da perlita é principalmente controlada pela difusão intersticial do carbono na austenita a partir das lamelas de cementita que crescem. Aumentando a taxa de resfriamento o super-resfriamento aumenta e, então, a distância efetiva para difusão do carbono reduz. Assim, é possível concluir que o espaçamento interlamelar diminui e é inversamente proporcional ao super-resfriamento. Os resultados estão apresentados na Tabela 3.5.

Tabela 3.5 – Tamanho de colônias de perlita, espaçamento interlamelar perlítico e microdureza Vickers para diferentes taxas de resfriamento, sendo A e B aço alto carbono e C

Taxa de resfriamento (°C/s)	Aço	Tamanho de colônia de Perlita (μm)	Espaçamento interlamelar Perlítico (μm)	Dureza Vickers (HV)
	А	10 ± 1.0	0.09 ± 0.02	375 ± 13
0.5	В	9 ± 1.0	0.10 ± 0.01	348 ± 12
	С	9 ± 0.9	0.09 ± 0.01	344 ± 12
	А	5 ± 0.7	0.09 ± 0.01	417 ± 15
2.5	В	5 ± 0.7	0.08 ± 0.01	398 ± 21
	С	6 ± 0.8	0.08 ± 0.01	377 ± 12
	А	•		616 ± 109
10	В		8	668 ± 197
18	С			917 ± 50

aço alto carbono com Nb. Adaptação de Rodrigues e Faria (2021).

A difusão do carbono na austenita é dependente da temperatura, e pode ser representada pela Equação 3.5 (KRAUSS, 2005):

$$D_C^{\gamma} = 0,12e^{-32.000/RT} \tag{3.5}$$

Onde $D^{\gamma}C$ é o coeficiente médio de difusão do carbono na austenita (cm²/s), R é a constante dos gases e T é a temperatura absoluta. A Equação 3.5, mostra que o coeficiente de difusão reduz exponencialmente com a redução da temperatura. A formação da perlita é mais rápida em baixas temperaturas do que em altas temperaturas. A princípio isto parece contraditório, mas pode ser explicado pela redução do espaçamento interlamelar perlítico à medida que a temperatura de transformação se reduz. Dessa forma a distância que o carbono tem para difundir e distribuir-se entre a ferrita e cementita diminui, apesar da difusão tornar-se mais lenta em baixas temperaturas, o crescimento das colônias de perlita acelera (KRAUSS, 2005).

Muitas correlações têm sido propostas para o efeito do super-resfriamento no espaçamento interlamelar, segundo Zener e Hillert (*Apud* KRAUSS, 2005) propuseram a Equação 3.6 que apresenta uma relação inversamente proporcional do espaçamento interlamelar perlítico (λ) com o super-resfriamento (Δ T):

$$\lambda = \frac{4\sigma_{\alpha/Fe_3C}T_E}{\Delta H_V \Delta T}$$
(3.6)

Onde λ é o espaçamento interlamelar; $\sigma_{\alpha/Fe3C}$ é a energia interfacial por unidade de área da interface α/Fe_3C ; T_E é a temperatura de equilíbrio em Kelvin (temperatura A₁ para o sistema Fe-C); ΔH_V é a mudança da entalpia por unidade de volume entre austenita e ferrita/cementita; e ΔT é o super-resfriamento abaixo de A₁. A Figura 3.25 ilustra a redução do espaçamento interlamelar perlítico (λ) com o aumento do super-resfriamento (ΔT) para vários aços.



Figura 3.25 – Espaçamento interlamelar perlítico médio (λ) em função do super-resfriamento abaixo da temperatura A₁ (Δ T) para vários aços. Adaptação de Krauss (2005).

4. MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Neste capítulo serão apresentados os materiais e métodos utilizados para o desenvolvimento do trabalho.

4.1 Materiais

Os aços avaliados neste trabalho são hipereutetóides do grau SWRH 82B conforme a Norma JIS G3506 de 2017, nas condições sem nióbio e microligado ao nióbio. Os aços foram produzidos por meio de lingotamento continuo de tarugos com 160x160mm, em uma mesma campanha de Aciaria e com os mesmos parâmetros de processo. As bobinas de fio-máquina de aproximadamente 2t, destinadas a aplicação em fios e cordoalhas de aço para concreto protendido, foram laminadas a quente com 13,00mm de diâmetro, em uma mesma campanha de laminação, mantendo todos os parâmetros constantes. A composição química objetivada está apresentada na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Faixa de composição química nominal (% em massa) dos aços estudados.

Aço	% C	%Mn	%Si	%P _{máx} .	%S máx.	%Cr	%Nb
82Cr	0,79-0,86	0,60-0,90	0,15-0,35	0,030	0,030	0,15-0,35	-
82CrNb	0,79-0,86	0,60-0,90	0,15-0,35	0,030	0,030	0,15-0,35	0,010-0,040

As propriedades mecânicas especificadas pelo mercado consumidor do fio-máquina (conforme citado anteriormente na seção 3.1) com 13,00mm de diâmetro estão apresentadas na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 – Especificação de propriedades mecânicas definidas pelo mercado consumidor do fio-máquina com 13,00mm de diâmetro.

Limite de resistência em tração (MPa)	Redução de Área mínimo (%)
1.140 a 1.240	30

4.2 Técnicas Experimentais

Serão apresentados a seguir as técnicas utilizadas na análise de composição química, ensaios mecânicos, caracterização microestrutural e simulação física.

4.2.1 Análise química

A análise química foi realizada por meio de espectrometria de emissão óptica, conforme Norma ASTM E415 de 2021, utilizando o equipamento ARL METAL ANALYSER modelos 3460 e 4460.

4.2.2 Caracterização microestrutural

A caracterização estrutural dos aços estudados foi realizada empregando-se as seguintes técnicas:

Microscopia Óptica

A microscopia óptica foi utilizada para identificação das fases e dos constituintes microestruturais dos aços laminados em fio-máquina. Para este fim, amostras foram retiradas no sentido transversal do fio-máquina, e para evitar a região de segregação central, típica de aço alto carbono produzido em lingotamento contínuo, a análise metalográfica foi realizada a ¹/₄ do diâmetro, conforme apresentado na Figura 4.1. A preparação seguiu o procedimento padrão para este fim (Norma ASTM E3, 2017), seguido de ataque químico com Nital 2%. As amostras foram analisadas em um microscópio óptico da marca Leica modelo DMI 500M equipado com sistema digital de aquisição e processamento de imagens LAS 4.9 no Laboratório do CEIT (*Centro de Estudos e Investigaciones Técnicas, Universidad de Navarra, España*).



Figura 4.1 – Esquema do plano e local para análise microestrutural, tamanho de grão austenítico, tamanho de colônia de perlita e espaçamento interlamelar perlítico.

Tamanho de grão austenítico

Foram retiradas amostras no início das barras (despontes das tesouras), durante laminação a quente (temperatura de laminação da barra 1.060°C), no laminador de fio-máquina da Empresa Gerdau Ouro Branco e em seguida realizada têmpera em água, com o objetivo de avaliar a evolução do tamanho de grão austenítico após deformação a quente. No teste industrial foi utilizado tarugo de seção transversal quadrada de 160x160mm, foi retirado uma

amostra, após deformação a quente, com redução de área de 93,8% e outra amostra com redução de área de 98,3%. As amostras foram retiradas no sentido transversal a ¹/₄ do diâmetro, seguido de ataque químico com Bechet-Beaujard (BECHET e BEAUJARD, 1955), constituído basicamente de ácido pícrico, ácido perclórico e tensoativo; e analisadas em um microscópio óptico no Laboratório do CEIT. Foram medidos no mínimo vintes campos aleatórios em cada amostra, utilizando o método do diâmetro circular equivalente médio, conforme Norma ASTM E112 (2013). Após ataque químico, os contornos de grãos são traçados por meio do *software* GIMP 2.8 e em seguida o *software* LAS 4.9 calcula a área correspondente de cada grão, onde pode-se obter a média, desvio padrão e distribuição dos grãos em gráficos histogramas.

Tamanho de colônias perlíticas

As amostras para análise microestrutural do fio-máquina visando determinação dos tamanhos de colônias de perlita, espaçamento interlamelar perlítico, ensaio de tração e dureza (detalhados posteriormente), foram retiradas ao longo de uma espira da bobina de fio-máquina e dividida em 8 partes iguais, conforme apresentado na Figura 4.2. Essa divisão da espira, foi proposta visando avaliar o efeito da variação da taxa de resfriamento nas características microestruturais e propriedades mecânicas entre o centro (posições 1 e 5 da Figura 4.2) e as laterais (posições 3 e 7 da Figura 4.2) do leito de resfriamento após laminação a quente. Foram analisadas as amostras referentes às posições 1, 3, 5 e 7, pois são suficientes para caracterizar a variação ao longo da espira.



Figura 4.2 – Ilustração esquemática das posições das amostras ao longo da espira de fiomáquina, em destaque as posições analisadas 1, 3, 5 e 7.

Para a determinação do tamanho das colônias de perlita, conforme trabalho publicado por Faria *et al.* (2021), as amostras foram polidas e introduzidas em forno tubular do Laboratório

de Tratamentos Térmicos e Microscopia, LTM/UFOP, na temperatura de 690°C, por um período de tempo de doze minutos com baixa pressão parcial de oxigênio. A atmosfera no interior do forno foi controlada por um fluxo contínuo de argônio igual a 2L/min. Após o tratamento de oxidação, as amostras foram rapidamente resfriadas até a temperatura ambiente a partir do aumento do fluxo de argônio. Todas as amostras foram analisadas em microscópio óptico Leica DM2700M, com aumento de 500x e aquisição de no mínimo dez campos aleatórios em cada posição ao longo da espira 1, 3, 5 e 7 (Figura 4.2), para cada aço em estudo e na posição a ¹/₄ do diâmetro. A partir das imagens, as seguintes etapas foram adotadas para as medidas do diâmetro equivalente das colônias de perlita: (i) segmentação manual das colônias de perlita em *software* de processamento de imagens; (ii) uso do recurso de ajuste de *threshold* no *software* ImageJ para identificação automática das interfaces; (iii) uso do reconhecimento automático de imagem no ImageJ para identificar e individualizar as colônias de perlita e (iv) para cada aço e posição, o tamanho médio das colônias perlíticas foi medido aplicando-se o método do diâmetro circular equivalente, conforme Normas ASTM E112 (2013) e ASTM E1382 (2015). A Figura 4.3 é uma representação das etapas descritas.



Figura 4.3 – Exemplo dos procedimentos para medida de tamanho de colônias de perlita. (a) amostra após a oxidação controlada; (b) após oxidação e segmentação manual; (c) após ajuste de *threshold* no ImageJ; (d) após identificação automática e indexação das colônias perlíticas no ImageJ (FARIA *et al.*, 2021).

Microscopia Eletrônica de Varredura

Para determinação do espaçamento interlamelar perlítico, as amostras foram retiradas nas posições ao longo da espira 1, 3, 5 e 7 (Figura 4.2), no sentido transversal a ¼ do diâmetro e atacadas com Nital 2%. As amostras foram analisadas em MEV modelo TESCAN VEGA3 com aumento de 15.000x no NANOLAB, DEMET, REDEMAT/EM/UFOP. Contudo, foi realizado previamente uma varredura nas amostras de modo a encontrar regiões com o menor espaçamento interlamelar visível, assim como apresentado na Figura 4.4. Conforme citado por KRAUSS (2005), as colônias com menor espaçamento, são aquelas que apresentam corte metalográfico perpendicular e o espaçamento está em verdadeira grandeza. Foram analisados dez campos em cada amostra e com o auxílio do *software* ImageJ, linhas perpendiculares às lamelas de perlita foram traçadas e o número de lamelas de cementita interceptados por unidade de comprimento foi determinado para a obtenção da média do espaçamento interlamelar. Esta metodologia tem sido utilizada por diversos autores assim como Porcaro *et al.* (2019), Rodrigues e Faria (2021) e Silva (2007).



Figura 4.4 – Exemplo de imagem em MEV de aço alto carbono, em destaque colônia com menor espaçamento interlamelar que foi usada para medida.

4.2.3 Ensaios mecânicos

Para obtenção das propriedades mecânicas básicas do material os seguintes ensaios mecânicos foram realizados:

Ensaio de tração

Para realização dos ensaios de tração foram empregados corpos de prova recomendados pela Norma ISO 6892 (2019) considerando fio-máquina de seção circular não usinado. As amostras de ambos os aços em estudo foram preparadas com 300mm de comprimento mínimo, comprimento útil de 250mm, diâmetro de 13,00mm (Figura 4.5), nas posições ao longo da espira 1, 3, 5 e 7 (Figura 4.2). Foram ensaiadas na condição como laminado, após no mínimo quinze dias¹ a partir da data de laminação a quente, à temperatura ambiente, após endireitamento da amostra e com velocidade constante de 5mm/min.

Figura 4.5 – Esquema do corpo de prova de seção circular para ensaio de tração, dimensões em milímetros.

Os ensaios de tração foram realizados no Laboratório de Ensaios Físicos da Empresa Gerdau Ouro Branco, utilizando máquina de tração universal Shimadzu de 500kN e *software* "TRAPEZIUM". Foram avaliados no ensaio de tração o limite de resistência à tração (LR) e redução de área percentual (RA%), as quais são geralmente as propriedades mecânicas exigidas pelo mercado consumidor de fio-máquina. Ramalho (1994) relata em seu trabalho que as propriedades mecânicas exigidas são as do arame trefilado, onde pode-se estimar as propriedades mecânicas no produto final, baseado nos valores obtidos no fio-máquina.

Ensaio de dureza

O perfil de dureza Vickers foi traçado para os dois aços em estudo, em toda a seção transversal do fio-máquina com 13,00mm de diâmetro, equidistantes em 1mm a partir da superfície e em duas diagonais perpendiculares, conforme apresentado na Figura 4.6.

As amostras selecionadas para o ensaio são referentes às posições 1 e 3 (Figura 4.2) ao longo da espira, as quais foram consideradas suficientes para avaliara a variação de dureza. Foi utilizado durômetro QNESS modelo Q30 A+, carga 1kgf e tempo de penetração de 15 segundos realizadas no Laboratório do CEIT, conforme Norma ASTM E92 (2017).

¹ Para um fio-máquina com diâmetro de 13mm estima-se que o hidrogênio presente no aço atinja valores mínimos após 10 dias da data de laminação a quente, assim aguardando este período mínimo pode-se reduzir e/ou eliminar o efeito do hidrogênio nas propriedades mecânicas.



Figura 4.6 – Exemplo dos perfis de dureza Vickers traçados na seção transversal do fiomáquina.

4.2.4 Simulação física

Ensaios de dilatometria

Os corpos de prova foram usinados no sentido longitudinal a partir das amostras de fiomáquina, com seção cilíndrica de 5mm de diâmetro e 10mm de comprimento. Os ensaios foram realizados em um dilatômetro Bähr modelo DIL 805, com aquecimento por indução e fluxo de gás hélio no Laboratório do CEIT.

Para análise do tamanho de grão austenítico prévio, primeiramente foi determinada a temperatura de solubilização dos precipitados de nióbio para o aço 82CrNb, por meio do *software* Thermocalc[®], o qual calculou a temperatura de 1.220°C. Por meio de trabalhos exploratórios prévios, foram utilizadas temperaturas diferentes, 1.250°C e 1.150°C, para os aços 82CrNb e 82Cr, respectivamente, com o objetivo de obter tamanhos de grãos austeníticos similares. Para o primeiro ciclo, com o objetivo de solubilização dos precipitados e simulação da condição de reaquecimento no forno da laminação, as amostras foram austenitizadas por dez minutos, seguida de têmpera a 100°C/s. No segundo ciclo, realizado para condicionamento do tamanho de grão austenítico, as amostras foram aquecidas a 900°C (82CrNb) e 850°C (82Cr), com o objetivo de obter tamanhos de grãos austeníticos similares, por dez minutos e novamente temperadas as 100°C/s. Os ciclos de tratamento térmico estão apresentados na Figura 4.7. Realizou-se ataque químico com Bechet-Beaujard e em seguida foram analisadas em um microscópio óptico no Laboratório do CEIT.



Figura 4.7 – Ciclos térmicos de dilatometria aplicados nos corpos de prova para simular temperatura de reaquecimento e austenitização, visando determinação do tamanho de grão austenítico.

O tamanho de grão austenítico prévio obtido no ciclo térmico definido na Figura 4.7, apresentou valores médios consideravelmente menores para o aço 82CrNb (mesmo utilizando temperatura de austenitização mais alta) em relação ao aço 82Cr, como será apresentado posteriormente. Após várias tentativas em trabalho exploratório, foi proposto um novo ciclo térmico incluindo deformação e reduzindo a temperatura de austenitização do aço 82CrNb; com o objetivo de condicionar a austenita, evitar o crescimento anormal de grãos (detectado no ciclo da Figura 4.7) e obtenção de tamanhos de grãos austeníticos similares antes da construção do diagrama TRC. Os corpos de prova foram aquecidos a temperatura diferentes, 1.150°C e 1.200°C para o aço 82Cr e 82CrNb, respectivamente. Em seguida foram resfriados a 5°C/s até a temperatura de 1.050°C e mantidos por 2 segundos, foram submetidos a deformação de $\varepsilon = 0,7$ a uma taxa $\dot{\varepsilon} = 1s^{-1}$, e resfriados conforme taxas definidas na Figura 4.8.



Figura 4.8 – Ciclos térmicos para ensaio de dilatometria com deformação.

Conforme o novo ciclo térmico definido na Figura 4.8, foram utilizados os corpos de prova de dilatometria submetidos à têmpera (100°C/s), seguido de ataque químico com Bechet-Beaujard, para a medida do tamanho de grão austenítico prévio. Os demais corpos de prova de dilatometria foram preparados de acordo com o procedimento padrão para este fim (Norma ASTM E3, 2017), seguido de ataque químico com Nital 2% e analisadas em um microscópio óptico no Laboratório do CEIT.

Ensaios de torção a quente

Para realização dos ensaios de torção a quente, foi utilizado um equipamento de fabricação própria no Laboratório do CEIT (com atmosfera protetiva utilizando argônio). Os corpos de prova foram usinados com comprimento de 16,50mm e diâmetro de 7,50mm, a partir de amostras do fio-máquina com 13,00mm de diâmetro. Com o objetivo de simular o processo industrial de laminação a quente aplicado aos dois aços, as amostras foram austenitizadas a 1.150° C e, a seguir, foram realizados vinte e dois passes de torção com deformação (ε), taxa de deformação ($\dot{\varepsilon}$) e tempo entre passes iguais para os dois aços em estudo, conforme os ciclos termomecânicos apresentados na Tabela 4.3. Foram consideradas duas condições para o ensaio: (i) ciclo com alta temperatura final (1.030° C) e (ii) ciclo com baixa temperatura final (980° C); com o objetivo de avaliar o efeito da temperatura de deformação na transformação de fases e nas características microestruturais.

Tabela 4.3 –	Ciclos	termomecânico	os utilizad	los no	ensaio	de to	orção a	a quente	para	os d	ois	aços
			es	tudado	os.							

(i) Ciclo con	n alta temper	atura final				(ii) Ciclo co	om baixa temp	eratura final		
Tipo	Passe de deformação	Temperatura (°C)	Deformação	Tempo entre passes (s)	Taxa de deformação (s ⁻¹)	Passe de deformação	Temperatura (°C)	Deformação	Tempo entre passes (s)	Taxa de deformação (s ⁻¹)
	1	1100	0,4	4	2	1	1100	0,4	4	2
Laminação	2	1100	0,4	4	2	2	1100	0,4	4	2
de desbaste	3	1100	0,4	4	2	3	1100	0,4	4	2
	4	1100	0,4	44	2	4	1100	0,4	44	2
	5	1070	0,4	3	2	5	1020	0,4	3	2
	6	1070	0,4	3	5	6	1020	0,4	3	5
	7	1070	0,4	3	5	7	1020	0,4	3	5
	8	1070	0,4	3	5	8	1020	0,4	3	5
	9	1070	0,4	3	5	9	1020	0,4	3	5
	10	1070	0,4	3	5	10	1020	0,4	3	5
Laminação	11	1050	0,4	3	5	11	1000	0,4	3	5
intermediária	12	1050	0,4	3	5	12	1000	0,4	3	5
	13	1050	0,4	3	5	13	1000	0,4	3	5
	14	1050	0,4	3	5	14	1000	0,4	3	5
	15	1050	0,4	3	5	15	1000	0,4	3	5
	16	1040	0,4	3	5	16	990	0,4	3	5
	17	1030	0,4	0,5	5	17	980	0,4	0,5	5
	18	1030	0,4	0,5	5	18	980	0,4	0,5	5
	19	1030	0,4	0,5	5	19	980	0,4	0,5	5
Laminação	20	1030	0,4	0,5	5	20	980	0,4	0,5	5
final	21	1030	0,4	0,5	5	21	980	0,4	0,5	5
	22	1030	04	12.6	5	22	980	04	8	5

A caracterização microestrutural foi realizada nos corpos de prova utilizados para o ensaio de torção a quente a 90% do raio, próximo a superfície. Para avaliação do tamanho de grão austenítico, a temperatura foi reduzida a uma taxa de 10°C/s até 910°C seguido de têmpera em água. Para determinação da temperatura de início de transformação perlítica as amostras foram resfriadas ao ar natural e foi traçada a curva de resfriamento com recalescência devido a transformação de fases. Estes mesmos corpos de prova foram utilizados para determinar a influência da temperatura durante a deformação a quente no espaçamento interlamelar perlítico, nos quais foram medidos vinte campos em cada amostra. O procedimento para as medidas de espaçamento interlamelar foi semelhante ao descrito para o produto final.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Serão apresentados e discutidos neste capítulo os resultados obtidos nos ensaios mecânicos, caracterização estrutural, dilatometria e torção a quente.

5.1 Análise Química

Os resultados de composição química obtidos para os aços estudados estão apresentados como média na Tabela 5.1. Foram realizadas três análises para cada corrida e correspondem ao total de uma corrida para cada aço, cada corrida com aproximadamente 200t. Os valores das concentrações dos elementos químicos obtidos estão dentro de variações admissíveis para um experimento em escala industrial e o desvio padrão indica baixas variações.

Mesmo com as composições químicas semelhantes entre os dois aços, foi possível obter um aumento no limite de resistência no aço com adição de nióbio, conforme será apresentado posteriormente. Outro ponto de destaque é que os teores dos outros elementos (Mn, Si e Cr) praticamente foram os mesmos para os dois aços, sendo a variação no teor de Nb a grande diferença entre os materiais.

Aço	%C	%Mn	%Si	%Cr	%Nb	Número de resultados
82Cr	$0,82 \pm 0,01$	$0,72 \pm 0,01$	$0,19 \pm 0,01$	$0,22 \pm 0,01$	0,000	3
82CrNb	$0,82 \pm 0,01$	$0,74 \pm 0,01$	$0,18 \pm 0,01$	$0,22 \pm 0,01$	$0,023 \pm 0,002$	3

Tabela 5.1 - Composição química (% em massa) e desvio padrão dos aços estudados.

5.2 Ensaios Mecânicos

5.2.1 Ensaio de tração

Os resultados obtidos nos ensaios de tração para os aços 82Cr e 82CrNb a partir de amostras de fio-máquina com 13,00mm de diâmetro após laminação a quente, são apresentados na Tabela 5.2 e correspondem a vinte resultados para cada aço em estudo. Foi verificado um aumento em média de 29MPa no limite de resistência à tração e redução no desvio padrão para o aço 82CrNb em relação ao aço 82Cr. A redução de área aumentou em 1,40% para o aço 82CrNb em relação ao 82Cr. Jansto (2014) encontrou resultados de limite de resistência à tração e m torno de 1.139MPa e redução de área de 45,1% para fio-máquina com 11,0mm diâmetro e composição química similar ao aço 82CrNb. Ramalho (1994) obteve resultados de

limite de resistência de 1.161MPa com desvio padrão de 17,2MPa para fio-máquina com diâmetro de 11,5mm, utilizando um material similar ao aço 82Cr.

Tabela 5.2 – Resultados de limite de resistência à tração e redução de área percentual dos aç

Limite de Resistência (MPa)			Redução	Redução de Área (%)				
	82Cr	82CrNb		82Cr	82CrNb			
Média	1.142	1.171	Média	49,75	48,35			
Desvio Padrão	9	7	Desvio Padrão	1,74	2,23			

estudados.

Apesar da diferença entre as médias do limite de resistência à tração entre os aços 82Cr e 82CrNb terem apresentado valores relativamente baixos para um aço de alta resistência à tração, estatisticamente é possível concluir que as médias são diferentes, conforme análise de variância ANOVA realizada no programa Microsoft EXCEL[®]. Onde "valor-P" (probabilidade) é menor que 0,05 e o "F" (variância) menor do que o "F crítico", portanto existe uma diferença estatisticamente significativa entre as médias dos aços em estudo.

Por outro lado, a diferença na redução de área não foi significativa estatisticamente, embora os dois aços tenham atingido o valor mínimo de 30% especificado pelo mercado consumidor de fio-máquina. Comportamento semelhante em relação à redução de área foi relatado por Silva (2007) em seu trabalho, utilizando aço similar ao 82Cr. Entretanto, é provável que a redução de área mostre maior diferença após o processo de trefilação quando medida por passe de deformação, assim como mostrou Jansto (2014) em seu trabalho, onde os resultados obtidos de redução de área foram 55% e 40% para os aços com adição de Nb e sem adição de Nb, respectivamente, indicando aumento de ductilidade no aço devido à adição do microligante.

Utilizando o *software* MINITAB 19, por meio de gráficos *boxplot*, é possível verificar uma redução na dispersão dos resultados de limite de resistência à tração do aço 82CrNb em relação ao 82Cr. Os resultados são apresentados na Figura 5.1. Outro resultado importante, foi o aumento consistente do limite de resistência à tração médio em relação ao valor mínimo especificado pelo mercado consumidor de fio-máquina (1.140MPa) do aço 82CrNb em relação ao aço 82Cr. Desta forma, a possibilidade de resultados com valores abaixo do mínimo, o que acarretaria no sucateamento dos mesmos, reduz-se consideravelmente. Durante a produção industrial, a adição do nióbio aumentou o custo de produção do aço em 1,81%. Entretanto, houve um aumento considerável no rendimento metálico. De uma maneira geral,

houve uma redução no custo do produto final em aproximadamente 9%, o que torna a adição de Nb neste aço uma solução viável do ponto de vista técnico e econômico.



Figura 5.1 – Gráfico do tipo *boxplot* do limite de resistência à tração para os aços 82Cr e 82CrNb.

5.2.2 Ensaios de dureza

Os resultados dos perfis de dureza Vickers realizados em amostras de fio-máquina, mostraram em média valores de 337HV para o aço 82Cr e de 345HV para o aço 82CrNb, conforme pode ser observado na Figura 5.2, onde tem-se: 1-1 posição 1 (Figura 4.2) ao longo da espira medido na diagonal 1; 1-2 posição 1 ao longo da espira medido na diagonal 2; 3-1 posição 3 ao longo da espira medido na diagonal 1 e 3-2 posição 3 ao longo da espira medido na diagonal 2. A diferença na dureza de 8HV entre os dois aços está condizente com o ganho observado em limite de resistência à tração, conforme apresentado anteriormente.



Figura 5.2 – Dureza Vickers (HV) nas posições 1 e 3 (Figura 4.2) ao longo da espira para os dois aços em estudo.

Não houve diferença significativa entre as posições 1, 3, 5 e 7 (Figura 4.2) ao longo da espira. Porém, é perceptível uma variação ao longo do diâmetro, onde a dureza é maior próximo a superfície e menor no centro. Uma explicação para esta variação é que a taxa de resfriamento é maior na superfície do que no centro, portanto a microestrutura próxima a superfície apresenta-se mais refinada, assim como Silva (2007) mostrou em seu trabalho, onde o espaçamento interlamelar perlítico na superfície foi de aproximadamente $0,11\mu$ m, a ¹/₄ do diâmetro $0,13\mu$ m e no centro $0,16\mu$ m, ou seja, diminui do centro em direção à superfície.

5.3 Análise Microestrutural

Exemplos de micrografias obtidas em microscópio óptico, são apresentadas na Figura 5.3 para os aços 82Cr e 82CrNb.



Figura 5.3 – Micrografias da seção transversal do fio-máquina a ¼ do diâmetro, atacado com Nital (2%), microscópio óptico e MEV. Aços: (a) e (c) 82Cr; (b) e (d) 82CrNb.

As microestruturas obtidas no fio-máquina durante a produção industrial dos aços 82Cr e 82CrNb, são similares entre si, apresentam-se totalmente perlíticas e estão em acordo com a microestrutura objetivada para estes aços e aplicação final. Não houve formação de rede de cementita no contorno de grão da austenita prévia, nem a presença de martensita.

Como mostrado na Figura 5.4 os resultados de tamanho de grão austenítico médio (D), após laminação a quente e redução de área de 93,8%, apresentaram diferença considerável: 57,1µm no aço 82Cr e 38,0µm no aço 82CrNb. A adição de Nb resultou no deslocamento da distribuição para a faixa de menor tamanho de grão austenítico, promovendo formação de maior quantidade de grãos mais finos, conforme pode ser visto nos histogramas.



Figura 5.4 – Micrografia e histograma do tamanho de grão austenítico das amostras com 93,8% de redução de área a ¼ do diâmetro, ataque com Bechet-Beaujard; aços: (a) e (c) 82Cr; (b) e (d) 82CrNb.

Considerando a redução de área de 98,3%, houve uma redução do tamanho de grão austenítico médio (D) de 42,3µm no aço 82Cr para 36,9µm no aço 82CrNb. Apesar da diferença entre as médias do tamanho de grão austenítico não ter sido tão grande como no caso da menor redução de área (apresentada anteriormente), comparando os histogramas, é possível verificar que há também um deslocamento da distribuição para a região de grãos

mais finos e uma menor dispersão quando se adiciona Nb ao aço. Os resultados podem ser observados na Figura 5.5.



Figura 5.5 – Micrografia e histograma do tamanho de grão austenítico das amostras com 98,3% de redução de área a ¼ do diâmetro, ataque com Bechet-Beaujard; aços: (a) e (c) 82Cr; (b) e (d) 82CrNb.

O tamanho de grão austenítico (D) após redução de área de 93,8% e 98,3%, apresentou uma redução no valor médio quando adicionado nióbio no aço. Comparando os aços 82Cr e 82CrNb, a diferença do tamanho de grão austenítico é maior para menores deformações (19,1 μ m) e diminui para maiores deformações (5,4 μ m), conforme apresentado na Figura 5.6. Oliveira (2016) obteve conclusão similar, porém utilizando aço baixo carbono com Nb e sem Nb, durante o processo industrial de laminação a quente de fio-máquina, para menores valores de redução de área (primeiros passes de laminação) a diferença do tamanho de grão austenítico obtida é maior. Entretanto, à medida que há um aumento na redução de área percentual, o tamanho de grão austenítico tende a se aproximar quando comparados aços com e sem adição de nióbio. O autor concluiu que, para o aço com Nb, nos primeiros passes de laminação a austeníta é deformada e em seguida ocorre o fenômeno de recristalização, porém os precipitados de Nb evitam o crescimento do grão austenítico. Por outro lado, como o aço sem microligante não tem precipitados de Nb, o crescimento de grão ocorre. Por isso, a

diferença no tamanho de grão entre o aço sem Nb e com Nb se torna maior nos primeiros passes. A partir de maiores níveis de deformação e com a queda de temperatura ao longo dos passes de laminação, os precipitados de Nb são formados induzidos por deformação e a temperatura de não recristalização é atingida (temperatura abaixo da qual não ocorre a recristalização), portanto não há crescimento de grão no aço com Nb. Por outro lado, no aço sem Nb, com maiores e sucessivas deformações, adicionalmente com temperaturas mais baixas (devido a perdas naturais do processo) e tempos entre passes muito curtos, não existe tempo suficiente para haver o crescimento de grão austenítico e este tende a se estabilizar.

A redução do tamanho de grão austenítico médio do aço com nióbio em relação ao aço sem nióbio, também foi obtida durante os ensaios para construção do diagrama de transformação sob resfriamento contínuo (TRC) e de torção a quente, como será apresentado adiante.



Figura 5.6 – Tamanho de grão austenítico médio em relação a redução de área percentual a ¹/₄ do diâmetro; aços 82Cr e 82CrNb.

Rodrigues e Faria (2021) relataram em sua pesquisa, redução no tamanho de grão austenítico em um aço alto carbono com maiores quantidades de Si, Mn e Nb; o efeito de arraste de soluto destes elementos químicos e os precipitados de Nb poderiam ter contribuído para evitar o crescimento do grão austenítico segundo os autores.

Dey *et al.* (2018) utilizaram aço alto carbono, com temperatura de austenitização de 1.150°C, deformação verdadeira de 0,3 e com uma taxa de deformação de $1s^{-1}$, obtiveram valores de tamanho de grão austenítico de 42µm e 28µm, sem e com adição de Nb, respectivamente.

A redução do tamanho de grão austenítico devido ao efeito dos precipitados de nióbio e arraste de soluto no aço é relatada por diversos autores, assim como citado por Ray (2017), Moreira (2019), Uranga *et al.* (2018), Jarreta (2017) e Zhang *et al.* (2012). Porém, os efeitos dos precipitados do nióbio em aço hipereutetóide não foram investigados neste trabalho.

Os resultados das medições do espaçamento interlamelar perlítico para os dois aços e nas diferentes posições ao longo da espira (Figura 4.2), não apresentaram diferenças significativas ao adicionar Nb ao aço; os valores obtidos podem ser visualizados na Figura 5.7 e na Tabela 5.3. Ao realizar a análise de variância ANOVA aos pares no programa Microsoft EXCEL[®], obteve-se "valor-P" (probabilidade) maior que 0,05 e o "F" (variância) maior do que o "F crítico", portanto é possível concluir não existe diferença significativa entre as médias dos aços em estudo.



Figura 5.7 – Espaçamento interlamelar perlítico nas diferentes posições ao longo da espira (Figura 4.2), a ¼ do diâmetro; aços 82Cr e 82CrNb.

Tabela 5.3 – Média e desvio padrão do espaçamento interlamelar perlítico, nas diferentes posições ao longo da espira, a ¼ do diâmetro; aços 82Cr e 82CrNb.

Espaçamento interlamelar perlítico (µm)								
Aço		Pos	sição ao lo	ngo da es	pira	Carol		
		1	3	5	7	Gerai		
82CrNb	Média	0,119	0,127	0,115	0,119	0,119		
	Desvio padrão	0,017	0,024	0,015	0,015	0,018		
82Cr	Média	0,124	0,116	0,105	0,106	0,113		
	Desvio padrão	0,024	0,011	0,019	0,016	0,019		

Estes resultados contrariam o que foi descrito por Jansto (2014) em seu trabalho, que relatou redução no espaçamento interlamelar perlítico de aproximadamente 0,100µm no aço sem adição de nióbio para 0,075µm em um aço com adição de nióbio. Nam *et al.* (1999) relataram que o menor valor obtido foi de 0,125µm, utilizando um aço sem nióbio e com temperatura de austenitização de 1.173K. Silva (2007) alcançou resultados próximos dos obtidos neste trabalho, variando a taxa de resfriamento, concluiu que ao utilizar a taxa de resfriamento mais alta possível no equipamento industrial, obteve o menor valor de espaçamento interlamelar

perlítico de aproximadamente $0,13\mu$ m para um aço sem nióbio, ou seja, o aumento da taxa de resfriamento resultou em redução do espaçamento interlamelar perlítico. Por outro lado, Rodrigues e Faria (2021) apresentaram em seu trabalho, que a taxa de resfriamento praticamente não alterou o espaçamento interlamelar perlítico, utilizando taxa de $0,5^{\circ}$ C/s e $2,5^{\circ}$ C/s o espaçamento interlamelar perlítico obtido foi de aproximadamente $0,09\mu$ m e $0,08\mu$ m, para aços de alto carbono tanto com adição de Nb quanto sem Nb, respectivamente.

A taxa de resfriamento, e por consequência o super-resfriamento, parecem ter maior influência no espaçamento interlamelar perlítico do que a adição de nióbio em um aço alto carbono e este pode ser um dos motivos de não ter apresentado diferença significativa no espaçamento interlamelar perlítico entre os dois aços estudados. Pois, a taxa de resfriamento utilizada durante a laminação a quente do fio-máquina foi a máxima possível no equipamento industrial e aparentemente resultou no máximo refinamento do espaçamento interlamelar para os dois aços.

Com a redução do tamanho de grão austenítico devido à presença do Nb durante a laminação, poderia se esperar um aumento na temperatura de transformação e, consequentemente, a formação de colônias perlíticas com maior espaçamento interlamelar, conforme observado por Rodrigues e Faria (2021). Porém, apesar do tamanho de grão austenítico ser menor com a presença de Nb, parte deste elemento deve estar em solução sólida e contribuir para atrasar a transformação difusional (aumento de temperabilidade).

Outra explicação é a temperatura de deformação. Quando a deformação é realizada em temperaturas mais altas, o espaçamento interlamelar perlítico apresenta maiores valores para o aço sem nióbio em relação ao aço com nióbio. Contudo, em temperaturas mais baixas de deformação, o espaçamento interlamelar perlítico é similar. Estes resultados serão apresentados adiante.

Os resultados do tamanho de colônia de perlita, considerando o diâmetro circular equivalente, mostraram uma redução em média de 13,13µm do aço 82Cr para 9,42µm no aço 82CrNb, conforme apresentado na Tabela 5.4. De uma maneira geral, considerando todas as amostras e medidas, a adição de Nb resultou em redução do diâmetro circular equivalente da ordem de 28%.

Tabela 5.4 – Média e desvio padrão do tamanho de colônias de perlita (diâmetro circular equivalente), nas diferentes posições ao longo da espira (Figura 4.2), a ¼ do diâmetro; aços

Tamanho das colônias de perlita (µm)								
Aço			Posições					
		1	3	5	7	Geral		
82CrNb	Média	9,46	9,88	9,71	8,63	9,41		
	Desvio padrão	5,61	5,79	5,76	4,99	5,56		
82Cr	Média	12,54	13,91	13,18	12,88	13,09		
	Desvio padrão	7,46	7,14	7,98	7,97	7,66		

82Cr e 82CrNb.

Para confirmar esta diferença entre as médias do tamanho de colônias de perlita, foi realizado análise de variância ANOVA no programa Microsoft EXCEL[®], onde verifica-se que existe diferença estatisticamente significativa entre as médias dos aços em estudo, pois em geral o "valor-P" (probabilidade) foi menor que 0,05 e o "F" (variância) menor do que o "F crítico".

Em todas as medições realizadas nas posições 1, 3, 5 e 7 (Figura 4.2) ao longo da espira, o aço com adição de nióbio (82CrNb) apresentou tamanho médio menor e resultou no deslocamento da distribuição para faixas de menor diâmetro equivalente, ou seja, o elemento microligante possibilitou a formação de maiores quantidades de colônias de perlita e com diâmetro menor. Os histogramas da Figura 5.8 apresentam as distribuições de diâmetro circular equivalente do tamanho de colônia de perlita, para uma posição ao longo da espira; as demais posições obtiveram resultados similares.



Figura 5.8 – Histograma do tamanho de colônia de perlita (diâmetro circular equivalente), na posição 5 (Figura 4.2) ao longo da espira, a ¼ do diâmetro; aços 82Cr e 82CrNb.

Faria *et al.* (2021) utilizando a mesma técnica em um aço similar para trilhos ferroviários e sem adição de nióbio, encontraram resultados de aproximadamente 10µm para o tamanho de colônia de perlita. Nam *et al.* (1999), utilizando outra técnica para medir o tamanho de

colônias de perlita e aço sem nióbio, relataram valores de 4,93µm e 7,17µm para temperaturas de austenitização de 1.173K e 1.273K, respectivamente.

Os resultados da redução no tamanho de colônias de perlita, estão coerentes com os resultados apresentados anteriormente de redução do tamanho de grão austenítico, quando se adiciona Nb ao aço. O tamanho de grão austenítico prévio mais refinado, deu origem a uma maior quantidade de colônias de perlita com tamanhos menores. Entretanto, Zhang *et al.* (2019), utilizando um aço sem nióbio, encontraram resultados diferentes em seu trabalho, onde a redução do tamanho de grão austenítico prévio não resultou na redução do tamanho das colônias de perlita. Os autores explicam que as colônias de perlita nucleiam-se nos contornos de grão e próximo das colônias de perlita que já se formaram, ao crescerem, colidem uma com as outras, resultando em um tamanho de colônias de perlita aproximadamente constante mesmo com tamanho de grão austenítico prévio diferente.

Por outro lado, Aranda *et al.* (2014) apresentaram em sua pesquisa uma relação direta do tamanho de grão austenítico prévio com o tamanho de colônias. A redução da temperatura de austenitização resultou em tamanho de grão austenítico prévio menor e por consequência o tamanho das colônias de perlita diminuiu, utilizando aço alto carbono sem nióbio.

Dey *et al.* (2018), utilizando aço alto carbono e inserindo deformação, também relataram redução no tamanho das colônias de perlita de 11,3 μ m (sem Nb) para 6 μ m (com Nb), resultados próximos dos obtidos neste trabalho. Porcaro *et al.* (2019), estudando aço alto carbono sem adição de Nb e utilizando uma taxa de resfriamento de 1°C/s, demonstraram que ao utilizar temperatura de austenitização mais baixa, obtiveram menor tamanho de grão austenítico o que resultou em tamanho de colônias de perlita menores.

5.4 Simulação Física

5.4.1 Dilatometria

Utilizando o ciclo térmico da Figura 4.7, foi obtido tamanho de grão austenítico prévio mais fino para o aço 82CrNb em relação ao aço 82Cr, como apresentado na Figura 5.9. Pode-se concluir que no aço 82CrNb, os precipitados de Nb evitaram o crescimento de grão austenítico. Algum crescimento de grão pode ser verificado para o aço 82CrNb, visto que para este aço foi utilizada maior temperatura de austenitização. Uranga *et al.* (2018), Jarreta (2017), Ray (2017) e Dey *et al.* (2018), obtiveram resultados similares de refinamento do tamanho de grão austenítico ao adicionar nióbio ao aço.



Figura 5.9 – Micrografia para avaliar o tamanho de grão austenítico, ataque com Bechet-Beaujard, 500x. Aços: (a) 82Cr a 1.150 e 900°C; (b) 82CrNb a 1.250 e 850°C.

A partir de experimentos exploratórios prévios, com o objetivo de aproximar o tamanho de grão austenítico prévio dos dois aços em estudo, foi estabelecido um novo ciclo térmico (conforme Figura 4.8) o qual resultou em um tamanho de grão austenítico prévio (D) de 40,5µm para o aço 82Cr e 38,5µm para o aço 82CrNb, os resultados estão apresentados na Figura 5.10.



Figura 5.10 – Micrografia para avaliar o tamanho de grão austenítico prévio para o ensaio de dilatometria, austenitização seguido de têmpera; aços: (a) 82Cr a 1.200°C; (b) 82CrNb a 1.150°C. Ataque com Bechet-Beaujard, 500x.

As micrografias obtidas com base nas amostras de dilatometria tanto para o aço 82Cr quanto para o aço 82CrNb, não apresentaram diferenças significativas perceptíveis em microscopia óptica, quando comparadas na mesma taxa de resfriamento. As microestruturas estão apresentadas nas Figuras 5.11 e 5.12, para os aços 82Cr e 82CrNb, respectivamente. Para resfriamento abaixo de 5°C/s (Figuras 5.11 e 5.12 (a)-(e)) a microestrutura é constituída de perlita, com diferentes morfologias, e apresenta cementita proeutetóide no contorno de grão austenítico. Para taxas de resfriamento acima de 10°C/s (Figuras 5.11 e 5.12 (f) e (g)) inicia-

se a formação de bainita e martensita, sendo que a proporção de martensita aumenta com o acréscimo da taxa de resfriamento, até que a microestrutura seja totalmente martensítica a 100°C/s (Figuras 5.11 (h) e 5.12 (h)).

Rodrigues e Faria (2021) encontraram resultados similares utilizando aço com e sem adição de Nb. Os autores obtiveram microestrutura totalmente perlítica até 2,5°C/s e acima de 10°C/s observaram início de formação de martensita.

A partir dos dados obtidos por dilatometria e análises microestruturais, o diagrama TRC foi construído para os dois aços em estudo, como apresentado na Figura 5.13. O diagrama apresenta formação de microestrutura totalmente perlítica até taxas de 5°C/s, indica início de formação de bainita e martensita em taxas superiores a 10°C/s, e microestrutura totalmente martensítica acima de 50°C/s. Estes resultados estão coerentes com a caracterização microestrutural apresentada anteriormente.

Comparando as curvas traçadas para os dois aços, percebe-se que partindo aproximadamente do mesmo tamanho de grão austenítico prévio (D), ao adicionar Nb ao aço há uma redução nas temperaturas de início e fim de transformação, deslocando a curva para baixo e para a direita, o que resulta em aumento de temperabilidade. Uma hipótese para explicar este resultado seria o efeito de arraste de soluto do Nb em solução.

Jarreta (2017) argumentou em seu trabalho que os átomos de Nb em solução sólida retardam a recristalização e recuperação da austenita por meio do efeito de arraste de soluto. Também inibem a nucleação da perlita, retardando a transformação eutetóide e atrasando a temperatura inicial de formação da perlita, resultando assim na formação de perlita fina.

Rodrigues e Faria (2021) citaram em seu estudo que, em geral, a temperatura inicial de transformação austenita-perlita é menor quanto maior a quantidade de elementos de liga adicionados ao aço, ou seja, o efeito na cinética da maioria dos elementos de liga adicionados ao aço desloca o diagrama TRC para direita e para baixo. Porém, não foi o resultado encontrado pelos autores no estudo, onde o aço com maior quantidade de liga (maiores quantidades de Mn, Si e Nb) e menor tamanho de grão austenítico apresentou temperatura de início de transformação austenita/perlita maior.



Figura 5.11 – Micrografias das amostras de dilatometria para diferentes taxas de resfriamento para o aço 82Cr obtidas por microscópio óptico, ataque com Nital (2%).



Figura 5.12 – Micrografias das amostras de dilatometria para diferentes taxas de resfriamento para o aço 82CrNb obtidas por microscópio óptico, ataque com Nital (2%).



Figura 5.13 – Diagrama TRC para os aços 82Cr e 82CrNb.

Rodrigues e Faria (2021) relataram que, durante o resfriamento contínuo a partir do campo austenítico, o contorno de grão é local preferencial para nucleação da perlita, quanto menor o tamanho de grão austenítico prévio, maior a área superficial total e assim maior quantidade de locais preferenciais haverá disponível para nucleação da perlita. Portanto, concluíram que a temperatura de início de transformação austenita/perlita será maior quanto menor for o tamanho de grão austenítico prévio.

Uma vez que, no presente trabalho, o tamanho de grão austenítico prévio foi similar, foi possível isolar o efeito da adição de Nb sobre esta variável no diagrama TRC do aço. Sendo assim, o resultado da redução da temperatura de início de transformação austenita/perlita, pode ser atribuído ao efeito de arraste de soluto do Nb em solução.

5.4.2 Torção a quente

Os resultados do ensaio de torção a quente, realizados conforme os ciclos térmicos definidos anteriormente, apresentaram uma redução no tamanho de grão austenítico médio quando adicionado nióbio ao aço para os dois ciclos propostos, confirmando os resultados obtidos na linha industrial e apresentados anteriormente. No ciclo com alta temperatura final, o tamanho de grão austenítico médio (D) reduziu de 35,2µm (82Cr) para 25,6µm (82CrNb). Para o ciclo de baixa temperatura final, reduziu de 26,8µm (82Cr) para 17,9µm (82CrNb). Os histogramas

de ambos os ciclos, mostram que ao adicionar Nb ao aço, houve um deslocamento da curva para a região de grãos mais finos, conforme apresentado nas Figuras 5.14 e 5.15. Portanto, é possível concluir que ao adicionar Nb ao aço alto carbono, os precipitados de Nb evitam o crescimento do grão austenítico. Comparando o mesmo aço, quando se reduziu a temperatura, também houve redução no tamanho de grão austenítico médio de 35,2µm para 26,8µm no aço sem nióbio e de 25,6µm para 17,9µm no aço com adição de nióbio. Uma explicação possível, é que a diminuição da temperatura de deformação reduz a cinética de crescimento de grão austenítico, o que resulta em redução do tamanho de grão austenítico para os dois aços em estudo.



Figura 5.14 – Ensaio de torção a quente mostrando o tamanho de grão austenítico e histograma para o ciclo de alta temperatura final, aços: (a) e (c) 82Cr; (b) e (d) 82CrNb. Ataque com Bechet-Beaujard.

As amostras do ensaio de torção a quente, resfriadas ao ar natural, foram utilizadas para traçar a curva de resfriamento, onde é possível perceber a recalescência ocorrida durante a transformação de fase. Assim como mostrado anteriormente nos resultados do diagrama TRC, houve uma redução na temperatura de início de transformação perlítica quando adicionado nióbio ao aço. Uma hipótese para explicar este resultado, é que o Nb em solução dificulta a difusão e atrasa a cinética de decomposição da austenita, mesmo o tamanho de grão austenítico sendo menor no aço com Nb, e resulta no atraso do início de transformação perlítica. Não foi percebida diferença significativa quando comparados os ciclos de alta ou baixa temperatura final. Os resultados estão apresentados na Figura 5.16.



Figura 5.15 – Ensaio de torção a quente mostrando o tamanho de grão austenítico e histograma para o ciclo de baixa temperatura final; aços: (a) e (c) 82Cr; (b) e (d) 82CrNb. Ataque com Bechet-Beaujard.

Tian *et al.* (2022), estudando um aço alto carbono e inserindo deformação, obtiveram resultado diferente do obtido no presente trabalho. Os autores relataram aumento da temperatura de início de transformação perlítica de 594,1°C para o aço carbono e 634,3°C para o aço com V e Nb, sendo este último valor muito próximo do encontrado neste trabalho para o aço com Nb (aço 82CrNb apresentado na Figura 5.16). Por outro lado, Yong *et al.* (2017) apresentaram em seu estudo resultado semelhante ao encontrado no presente trabalho, onde a adição de Nb em um aço alto carbono atrasou o início da transformação da perlita de 1s para 9s, quando comparado ao aço sem adição de Nb, o que aumentou a temperabilidade do material.

O espaçamento interlamelar perlítico (λ) foi medido nas amostras do ensaio de torção a quente resfriadas ao ar, conforme apresentado na Figura 5.17. Em relação ao ciclo com baixa temperatura final, não é possível verificar diferença significativa entre o aço sem nióbio e o aço com nióbio. Outro ponto de destaque é que o aço com adição de Nb não apresentou influência da temperatura de deformação sobre o espaçamento interlamelar. Entretanto, para o

aço sem nióbio, o ciclo de alta temperatura final mostrou o maior valor de espaçamento interlamelar perlítico, confirmando o que foi proposto anteriormente. Ou seja, para um aço sem adição de nióbio, uma maior temperatura de deformação a quente resulta em um aumento do grão austenítico, tamanho de colônias e espaçamento interlamelar perlítico.



Figura 5.16 – Curva de resfriamento com recalescência devido a transformação de fases das amostras resfriadas ao ar; aços 82Cr e 82CrNb.



Figura 5.17 – Espaçamento interlamelar perlítico das amostras resfriadas ao ar durante torção a quente. Aços: (a) 82Cr e (b) 82CrNb, ciclo de alta temperatura final; (c) 82Cr e (d) 82CrNb, ciclo de baixa temperatura final.

Dey *et al.* (2018) encontraram resultados de espaçamento interlamelar perlítico pósdeformação contrários aos do presente estudo. Utilizando aço alto carbono, relataram que o aumento da temperatura de austenitização levou a redução no espaçamento interlamelar perlítico. A 1.150°C obtiveram 0,214µm e 0,165µm e a 1.200°C obtiveram 0,170µm e 0,110µm, para os aços sem Nb e com Nb, respectivamente.

6. CONCLUSÕES

Dois aços hipereutetóides foram obtidos em escala industrial, com e sem a adição de Nb, e com controle dos parâmetros de processamento. Caracterização da microestrutura, propriedades mecânicas em tração e dureza foram realizadas. O processamento por laminação a quente foi simulado por ensaios de torção a quente, incluindo ensaios de dilatometria para investigar os efeitos do Nb nas transformações de fases. As seguintes conclusões foram obtidas:

- A adição de Nb ao aço hipereutetóide resultou na redução do tamanho de grão austenítico prévio, seja sem ou com deformação, e também em maior homogeneidade da microestrutura;

- Como resultado de um menor tamanho de grão austenítico, observou-se uma redução média de 28% no tamanho das colônias perlíticas e também resultou no deslocamento da distribuição para faixas de menor diâmetro equivalente, ou seja, o elemento microligante possibilitou a formação de maiores quantidades de colônias de perlita e com diâmetro menor;

- O espaçamento interlamelar perlítico não foi modificado de forma significativa com a adição de Nb no material produzido em escala industrial. Resultados do ensaio de torção a quente indicaram que, para o aço sem adição de Nb, a temperatura final de laminação a quente apresenta um efeito relevante sobre o espaçamento interlamelar;

- Os resultados dos ensaios de dilatometria e torção a quente mostraram que a adição de Nb aumentou um pouco a temperabilidade do aço, reduzindo as temperaturas de início de transformação perlítica;

- A adição de Nb ao aço resultou em aumento de limite de resistência e dureza, além de reduzir a variabilidade destas propriedades mecânicas. O aumento da resistência mecânica foi atribuído a um menor tamanho médio de colônias perlíticas, ao aumento da temperabilidade e a uma provável precipitação de Nb (C, N);

- Os resultados industriais mostraram que é viável, do ponto de vista técnico e econômico, a adição do elemento microligante (Nb) ao aço alto carbono que se destina à produção de fiomáquina. O aumento de custos com a liga foi de 1,81%. No entanto, o rendimento metálico aumentou consideravelmente, o que representou uma redução global de custos da ordem de 9%.
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir do conhecimento adquirido durante a realização deste trabalho, sugere-se como possibilidades para trabalhos futuros:

- Variar a taxa de resfriamento e avaliar o efeito no espaçamento interlamelar perlítico, comparando aço com e sem nióbio;

- Realizar trefilação a frio e avaliar o efeito do nióbio na redução de área percentual por passe;

- Empregar microscopia eletrônica de transmissão para identificar, avaliar tamanho e distribuição dos precipitados de nióbio no aço alto carbono.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, E3 Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. West Conshohocken, 2017, 12 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, E92 Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials. West Conshohocken, 2017, 27 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, E112 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. West Conshohocken, 2013, 28 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, E415 Standard Test Method for Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel by Spark Atomic Emission Spectrometry. West Conshohocken, 2021, 12 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, E1382 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis. West Conshohocken, 2015, 24 p.

ARANDA, M.M.; KIM, B.; REMENTERIA, R.; CAPDEVILA, C.; DE ANDRÉS, C.G. Effect of Prior Austenite Grain Size on Pearlite Transformation in a Hypoeuctectoid Fe-C-Mn Steel. Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 45A, 2014, p.1778-1786.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, NBR 7482 Fios de aço para estruturas de concreto protendido – Especificação. 2020, 9 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, NBR 7483, Cordoalhas de aço para estruturas de concreto protendido – Especificação. 2021, 14 p.

BALASUBRAMANIAN, K.A. Thermodynamics of Microalloyed Austenites and Nonstoichiometric Carbides and Nitrides. 214 p. Tese, McMaster University, Hamilton, 1988.

BECHET, S.; BEAUJARD, L. New Reagent for the micrographical demonstration of the austenite grain of hardened or hardened tempered steels. Revue de Metallurgie, 1955, p. 830–836.

DEY, I.; CHANDRA, S.; SAHA, R.; GLOSH, S.K. Effect of Nb micro-alloying on microstructure and properties of thermomechanically processed high carbon pearlitic steel, Materials Characterization, 2018, p. 45-54.

FARIA, G.L.; MOREIRA, P.S.; PORCARO, R.R.; BARBOZA, A.P.M.; SILVA, T.C.V. Development of an Oxidation Contrast Method for Perlite Colony Revelation in Eutectoid Steels. ASM International, Metallography, Microstructure, and Analysis, 2021.

FERROUS WIRE HANDBOOK. The Wire Association International, INC, Connecticut, USA, 2008, 1162 p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, ISO 6892 Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of test at room temperature. 2019, 92 p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, ISO 16120-2 Nonalloy Steel Wire Rod for Conversion to Wire - Part 2: Specific Requirements for General Purpose Wire Rod. 2017, 11 p.

JANSTO, S.G. MicroNiobium® Steelmaking Alloy Approach in 1080 Wire Rod. Iron & Steel Technology, 2014, p. 84-91.

JAPANESE INDUSTRIAL STANDARD, JIS G 3506 High Carbon Steel Wire Rods. 2017, 17 p.

JARRETA, D.D. Niobium Micro-Alloyed High Carbon Steel Wires: Innovative Solution for Bridges and Infrastructure. SEAISI Quarterly Journal, 2017, p. 29-36.

KRAUSS, G. Steels: Processing, Structure and Performance. Ohio: ASM International -Materials Park, 2005, p. 281-296.

MODI, O.P.; DESHMUKH, N.; MONDAL, D.P.; JHA, A.K.; YEGNESWARAN, A.H.; KHAIRA, H.K. Effect of interlamellar spacing on the mechanical properties of 0.65% C steel. Materials Characterization, 2001, p. 347-352.

MOREIRA, L.P. Influência de Tratamentos Térmicos na Resistência à Fadiga e ao Desgaste de um Aço Alto Carbono Microligado ao Nb e V de Aplicação Ferroviária. 162 p. Tese – Rede Temática de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, 2019.

NAM, J.W.; BAE, C.M.; LEE, C.S. Effect of carbon content on the Hall-Petch parameter in cold drawn pearlitic steel wires. Journal of Materials Science, 2002, p. 2243-2249.

NAM, J.W.; BAE, C.M.; OH, S.J.; KWON, S. Effect of interlamellar spacing on cementite dissolution during wire drawing of pearlitic steel wires. Scripta Materialia, 1999, p. 457-463.

OLIVEIRA, F.G. Modelo matemático da evolução microestrutural de fio-máquina microligado ao nióbio laminado a quente. 129 p. Dissertação de Mestrado - Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, 2016.

PORCARO, R.R.; FARIA, G.L.; GODEFROID, L.B.; APOLONIO, G.R.; CÂNDIDO, L.C.; PINTO, E.S. Microstructure and mechanical properties of a flash butt welded pearlitic rail. Journal of Materials Processing Technology, 2019, p. 20-27.

RAMALHO, J.G. Desenvolvimento de aço produzido por lingotamento contínuo para fiomáquina de alta resistência adequado à trefilação direta. 134 p. Dissertação de Mestado - Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, 1994.

RAY, A. Niobium Microalloyed in Rail Steels. Materials Science and Technology. Cambridge, 2017, p. 1-17.

RODRIGUEZ-IBABE, J.M. On line course: Optimizing the application of microalloying in value-added steel grades: Microalloying. Universidad de Navarra, CEIT, 2020.

RODRIGUES, K.F.; FARIA, G.L. Characterization and Prediction of Continuous Cooling Transformations in Rail Steels. Materials Research, 2021, p. 1-13.

SILVA, F.A. Efeito do resfriamento controlado após laminação a quente nas propriedades mecânicas e na microestrutura de um fio-máquina de aço alto carbono com cromo. 82 p. Dissertação de Mestrado - Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.

TAURI, T.; TAKAHASHI, J.; TASHIRO, H.; MARUYAMA, N.; NISHIDA, S. Microstructure Control and Strengthening of High-Carbon Steel Wires. Nippon Steel Technical Report N°91, 2005, p. 56-61.

TIAN, J.; WANG, H.; ZHU, M.; ZHOU, M.; ZHANG, Q.; SUE, X.; GUO, A.; XU, G. Improving mechanical properties in high-carbon pearlitic steels by replacing partial V with Nb. Materials Science & Engineering A, 2022, p. 1-12.

URANGA, P.; BASTOS, F.; PEREDA, B.; LÓPEZ, B.; RODRIGUES-IBABE, J.M.; REBELLATO, M. Revisiting the Role of Nb Microalloying in Medium-High Carbon Steels. Materials Science and Technology, 2018, p. 1148-1156.

VERÍSSIMO, G.S.; JÚNIOR, K.M.L.C. Concreto Protendido Fundamentos Básicos. 4^a edição, Universidade Federal de Viçosa, 1998, p. 1-78.

WALSH, N.P. Panamá inaugurará el puente de hormigón pretensado más largo del mundo en 2019. Disponível em: https://www.plataformaarquitectura.cl /cl/901944/panama-inaugurarael-puente-de-hormigon-pretensado-mas-largo-del-mundo-en-2019. Acesso em 14 de fevereiro de 2022.

WILLIAMS, J.G.; SIMPSON, I.D.; MACDONALD, J.K. Niobium in Rail Steels. Proceedings of the International Symposium Niobium 81, San Francisco, 1981, p. 1019-1040.

YONG, Q. L.; ZHANG, Z.Y.; SUN, X.J.; CAO, J.C.; LI, Z.D. Effect of dissolved niobium on eutectoid transformation behavior. Journal of Iron and Steel Research International, 2017, p. 973-978.

ZENER, C. Kinetics of The Decomposition of Austenite. American Institute of Mining and Metallurgical Engineers, 1946, p. 550-583.

ZHANG, C.; LIU, Y.; ZHOU, L.; JIANG, C. Secondary Hardening, Austenite Grain Coarsening and Surface Decarburization Phenomenon in Nb-Bearing Spring Steel. Journal of Iron and Steel Research, International, 2012, p. 47-51.

ZHANG, F.; ZHAO, Y.; TAN, Y.; JI, X.; XIANG, S. Study on the Nucleation and Growth of Pearlite Colony and Impact Toughness of Eutectoid Steel. Metals, 2019, p. 1-13.